
MASTERARBEIT

Frau B.Sc., B.A.

Tina Hoffmann

**Untersuchung einer
Werkstoff-Werkzeug-Kombination
zur Herstellung von Abformmatrizen
für Lab-on-a-Chip-Anwendungen**

Mittweida, 2012

MASTERARBEIT

Untersuchung einer Werkstoff-Werkzeug-Kombination zur Herstellung von Abformmatrizen für Lab-on-a-Chip-Anwendungen

Autor:
Frau B.Sc., B.A.

Tina Hoffmann

Studiengang:
Physikalische Technik

Seminargruppe:
PT10w1-M

Erstprüfer:
Professor Dr.-Ing. Dr. h.c. Horst Exner

Zweitprüfer:
Dr.-Ing. Udo Klotzbach

Einreichung:
Mittweida, 17. September 2012

Verteidigung/Bewertung:
Mittweida, 2012

Inhaltsverzeichnis

1	Einführung und Motivation	2
2	Stand der Technik.....	4
2.1	Varianten der Formherstellung.....	4
2.2	Verfahren zur Replikation.....	10
3	Zielstellung der Arbeit	12
4	Auswahl von Material und Verfahren	14
4.1	Low Temperature Co-fired Ceramics (LTCC)	15
4.2	Strukturieren mit Ultrakurzpulslaser	17
4.2.1	Aufbau der Laseranlage.....	18
4.2.2	Charakterisierung von Laserkenngrößen	22
5	Analyse und Quantifizierung der Ergebnisse	28
5.1	Funktionalitätsprüfung durch Abformtests	28
5.2	Funktionalitätsprüfung durch Bonden	29
5.3	Ermittlung objektivierender Messwerte.....	30
5.3.1	Profilometrie	30
5.3.2	Mikroskopie	31
6	Planung und Durchführung der Untersuchungen	32
6.1	Grundlegende Untersuchungen zum Abtrag	32
6.2	Weiterführende Untersuchungen zur Homogenisierung der Oberflächen	47
6.3	Erarbeitung verschiedener Methoden zur Nachbehandlung der Matrizen	72
7	Zusammenfassung und Ausblick.....	77
	Literaturverzeichnis	80

1 Einführung und Motivation

Der Trend der Miniaturisierung und Automatisierung hat in die Bereiche der Medizintechnik, Biologie und Pharmazie Einzug gehalten.¹ Die Anwendung mikrotechnischer Systeme reicht von Mikroimplantaten über pharmazeutische Wirkstoffforschung bis hin zu Analyse- und Diagnosegeräten im Scheckkartenformat. Als Lab-on-a-Chip(LOC)-Systeme werden Mikrofluidiksysteme bezeichnet, bei denen die Reagenzien von außen zugeführt und über Kanalstrukturen zu Reaktionskammern geleitet werden. Es werden bei diesen mikroskaligen Systemen Effekte ausgenutzt, die im makroskopischen Bereich vernachlässigbar sind. Der signifikante Einfluss von Reibungskräften und Kapillarität führt in dieser Größenordnung zu einem laminaren Strömungsverhalten von Fluiden. Mikropumpen unterstützen den Transport der Flüssigkeiten. Die in den Mikroreaktoren ablaufenden chemischen oder biologischen Prozesse werden von integrierten Sensoren überwacht und als elektrisches Signal an Analysegeräte ausgegeben.²

LOCs eröffnen eine Vielzahl von Anwendungen. Eine weitgehende Entkopplung von Umwelteinflüssen ermöglicht Untersuchungen unter definierten Bedingungen. In den Mikrodimensionen sind Strömungs- und Temperaturverhältnisse gut kontrollierbar. Chemische Prozesse können so unter gezielt einstellbaren Bedingungen und bei hohen Konzentrations- und Temperaturgradienten ablaufen.³ Zuverlässige, schnelle und reproduzierbare Untersuchungen mit hohem Durchsatz sind mit Hilfe von LOCs möglich. Produkttests und toxikologische Untersuchungen an Zellkulturen in der Pharma- und Kosmetikindustrie sind perspektivisch Hauptanwendungsgebiete der Mikrochips.

Der kompakte Aufbau der LOCs ermöglicht den mobilen Einsatz. Die Anwendung als miniaturisiertes Labor, das direkt zum Patienten kommt, bietet sich durch die einfache Handhabbarkeit an. Die unmittelbaren Testergebnisse erlauben eine Diagnose vor Ort und damit einen schnellen Therapiebeginn. Transportzeiten werden vermieden und damit auch variierende Umweltbedingungen, die das Ergebnis beeinflussen können. LOCs ermöglichen die Diagnostik am Point-of-Care. Applikationen können z. B. Blutgasanalysegeräte sein, die neben Sauerstoff- und Kohlenstoffdioxidgehalt auch Glukose, Laktat und Laktose direkt vor Ort messen. Auch individuell auf den Patienten abgestimmte Mischungen von Medikamenten, die getrennt gelagert, aber kombiniert appliziert werden müssen, sind auf diese Weise schnell, einfach und kostengünstig herstellbar.⁴

Die geringen erforderlichen Mengen an Testflüssigkeiten im Pikoliterbereich sind besonders bei teuren und knappen Reagenzien vorteilhaft.⁵ Verglichen mit konventionellen Laboruntersuchungen können so Kosten und Energiebedarf gesenkt werden. Bei giftigen, radioaktiven oder umweltbelastenden Substanzen ergeben sich Vorteile hinsichtlich Arbeitssicherheit, Lagerung und Entsorgung.

¹ SONNTAG, Frank: Dissertation, Fraunhofer IWS, 2010, Seite 11

² WINKLER, Andreas: Dissertation, Technische Universität Dresden, 2011, Seite 14

³ URL: <<http://www.vde.com/de/fg/DGBMT/Aktuelles/Seiten/Lab-on-a-Chip-Foundry.aspx>> Stand: 13.07.2012

⁴ KEMPE, Lisa: ComPaMed - Megatrend Miniaturisierung, Ärzteblatt 2004

⁵ AMBERG, Martin: Dissertation, Technische Universität Ilmenau, 2010, Seite 1

Ein entscheidender Vorteil mikrofluidischer Systeme ist das günstige Verhältnis von Oberfläche zu Volumen. Bei einem Mikroreaktor mit 30 µm breiten Kanälen ist es um Faktor 100.000 größer als bei einem Reaktionsbehälter mit 3 m³ Volumen. Daraus ergibt sich für das miniaturisierte System eine wesentlich bessere Wärmeableitung bzw. Temperierung. Die effiziente Kühlung ermöglicht eine schnelle, effiziente und isotherme Prozessführung.

Die industrielle Umsetzung der zahlreichen Applikationen von LOCs in Pharma-, Chemie- und Kosmetikindustrie erfordert eine schnelle, flexible, zuverlässige und kostengünstige Methode der Herstellung.

Es werden zwei prinzipielle Herangehensweisen der Fertigung unterschieden: Die direkte Strukturierung des gewünschten mikrofluidischen Designs und das Abformen von einer Matrize. Das Design wird dabei als Negativ auf das Substrat strukturiert und anschließend durch ein Replikationsverfahren übertragen. Photolithographie ist eine häufig eingesetzte Methode zur Matrizenherstellung. Das Substrat wird nach dem Aufbringen einer lithographischen Maske in einem Ätzprozess strukturiert. Die einzelnen Arbeitsschritte sind zeitaufwändig und müssen unabhängig von der Stückzahl nacheinander durchgeführt werden. Für geringe Stückzahlen und Prototyping wird das Verfahren dadurch unwirtschaftlich. Geringfügige Änderungen des Fluidikdesigns erfordern die Herstellung einer neuen Belichtungsmaske. Für einen 4-Zoll-Wafer ist das mit Kosten zwischen 500 und 2500 Euro verbunden.⁶ Das Verfahren wird dadurch vergleichsweise unflexibel, langsam und teuer. Insbesondere der Forschungsbereich verlangt nach variabler Anpassung der fluidischen Strukturen an die jeweilige Aufgabe. Ein weiterer Nachteil dieser konventionellen Methode ist die Beschränkung des Substratmaterials auf Silizium bzw. Silizium-Glass-Laminate. Auch zerspanende Verfahren, wie Mikroerodieren und Mikrofräsen sind nur für bestimmte Werkstoffe einsetzbar.

Die Matrizen können nur für eine begrenzte Zahl an Abformungen eingesetzt werden. Je kleiner die Strukturen des Mikrofluidikdesigns, desto größer ist der Verschleiß, da Stege im µm-Bereich beim Ablösen oft ausbrechen. Zeitnahe und kostengünstiger Ersatz erfordert eine schnelle, flexible Herstellungsvariante.

Ziel dieser Arbeit ist es, ein Prototyping Verfahren zu entwickeln, das eine unmittelbare, flexible Strukturierung der Abformmatrizen auf einem geeigneten Material erlaubt. Oberste Prämisse ist dabei die Abformbarkeit und die Funktionalität des Mikrofluidik-Chips. Die strukturierten Oberflächen der Matrize müssen hinsichtlich Präzision und Rauigkeit daher bestimmten Anforderungen genügen. Der Master ist eine Negativform, d. h. sämtliches Material außer der gewünschten Kanalstruktur wird abgetragen. Das Oberflächenprofil des bearbeiteten Materials wird beim Abformen auf den Fluidikchip übertragen. Zu große Rauigkeiten führen beim anschließenden Deckeln der Fluidik-Bauteile zu Mikropalten und damit zu unerwünschter Kapillarwirkung. Um die Abformbarkeit und Funktionalität der Chips zu gewährleisten, sind die exakte Übertragung der Mikrostrukturen und eine Optimierung der Oberflächenqualität Hauptziel der Untersuchungen.

⁶ MEYER, Uwe: Lithographie und LIGA, FH Jena

2 Stand der Technik

Fertigungstechnologien, die im makroskopischen Bereich Anwendung finden, erreichen beim Skalieren in den Mikrometerbereich kritische Werte. Der Einfluss tribologischer Vorgänge nimmt zu, und die Anforderungen an Präzision und Oberflächengüte steigen. Dennoch haben sich viele Mikrobearbeitungsverfahren etabliert, die auch zur Fertigung mikrofluidischer Systeme eingesetzt werden. Die zwei prinzipiellen Herangehensweisen sind dabei die Herstellung einer Matrice, d. h. eines Negativs, mit dem die Mikrofluidik-Chips durch Replikation generiert werden, oder die direkte Herstellung aus Rohlingen.

Beide Methoden erfordern die Herstellung einer Form und damit die Übertragung der gewünschten Strukturen als Positiv oder Negativ in das Material. Werden die mikrofluidischen Systeme durch Abformung von einem Master gefertigt, sind im Anschluss verschiedene Replikationstechniken möglich.

2.1 Varianten der Formherstellung

Die Formherstellung kann mit unterschiedlichen Methoden realisiert werden. Die gebräuchlichsten Varianten zum Übertragen der mikrofluidischen Strukturen sind Photolithographie, Mikrozerspanen und Laserablation. Als Materialien sind Silizium, Glas, Polymere oder Kombinationen dieser Werkstoffe üblich.⁷

Photolithographie und LIGA

Matrizen aus Silizium oder Silizium-Glas-Kombinationen werden in einem photolithographischen Prozess strukturiert. Die Substrate werden mit speziellen Lacken beschichtet, die lichtempfindliche Komponenten enthalten. Mit Hilfe von Masken aus Quarzglasplatten mit strukturierter Chromschicht wird der Lack selektiv belichtet. In den bestrahlten Bereichen erfolgt eine photochemische Reaktion, je nach Art des Lackes wird dort die Löslichkeit gegenüber der Entwicklerlösung erhöht oder gesenkt. Der Fotolack kann dadurch beim Entwickeln gezielt lokal entfernt werden. Anschließend werden unbeschichtete Bereiche durch Trocken- oder nasschemisches Ätzen abgetragen, während die mit der Lackschicht bedeckten geschützt sind. Auf diese Weise können Kavitäten und Bohrungen in kristalline Siliziumwafer eingebracht werden. Beim nasschemischen Ätzen mit Kaliumhydroxid beeinflusst die Lage der Netzebenen des kristallinen Siliziums die Wandwinkel der geätzten Strukturen. Bei Silizium-Glas-Laminaten führen die verschiedenen materialspezifischen Ätzraten zu einem Ätzstopp an der Grenze zur Glasschicht. Die Struktur erhält durch die geringe Oberflächenrauigkeit des Glases einen glatten Grund. Eine Messung der bisher eingesetzten Abformmatrizen aus einem Silizium-Glas-Verbund ergab eine mittlere Rauheit R_a von $0,1\ \mu\text{m}$ und eine gemittelte Rautiefe R_z von $0,5$.

⁷ EBERHARDT, Philipp: Entwicklung eines mikrofluidischen Systems zur Handhabung von Magnetpartikeln, S.30

Photolithographie ermöglicht Auflösungen von unter 500 nm und damit sehr kleine Strukturgrößen.⁸ Für die Fertigung von LOCs sind Strukturen in der Größenordnung einiger zehn Mikrometer bis Millimeter relevant. Je nach Art des Fotoresists werden Aspektverhältnisse von 5 bis 100 erreicht.

Das Verfahren ist mit einem hohen Zeitaufwand verbunden. Zwischen Auftragserteilung und Erhalt der Matrizen vergehen einige Wochen.⁹ Die Prozessschritte müssen unabhängig von der Stückzahl einzeln durchgeführt werden. Das Verfahren wird dadurch für Prototyping und kleine Chargen unwirtschaftlich und für Massenproduktion tauglich. Die Tiefe der geätzten Strukturen kann innerhalb einer Charge nicht variiert werden. Die Herstellung von fluidischen Systemen mit unterschiedlich tiefen Kanalstrukturen ist mit diesem Verfahren nicht umsetzbar. Geringe Flexibilität, der hohe Zeitaufwand und die Kosten sind entscheidende Nachteile der Photolithographie. Die Materialauswahl ist bei diesem Verfahren auf Silizium bzw. Silizium-Glas-Schichtwerkstoffe beschränkt.

Substrate aus Glas oder Quarz können auch durch Fluorwasserstoff-Ätzen strukturiert werden. Mit diesem isotropen Verfahren kann nur ein flacher Abtrag realisiert werden. Die Ätztiefe entspricht der lateralen Ätzbreite, was nachteilig für die Mikrofluidik mit schmalen Kanälen und häufig hohen Aspektverhältnissen ist.¹⁰

Für Glas, Quarz, Silizium und andere sprödharte Materialien kann ebenfalls Mikro-Ultraschallbohren eingesetzt werden. Durchgangsbohrungen bis in den Submikrometerbereich sind so umsetzbar. Aufwendiges Positionieren und Probleme durch Verkippen des Werkzeugs sind nachteilig.

Neben der klassischen Photolithographie wird auch die Lithographie-Galvanik-Abformungs(LIGA)-Technik zur Strukturierung von mikrofluidischen Systemen eingesetzt. LIGA ermöglicht die Formherstellung mit Strukturgrößen bis 0,2 µm. So hergestellte Formwerkzeuge haben auf Grund des Ausbrechens der feinen Strukturen geringe Standzeiten.

Die photolithographischen Verfahren erfordern einen Reinraum mit definierter Temperatur und Luftfeuchte, sowie spezielle Lichtverhältnisse. Die verwendeten Chemikalien müssen gemäß der Arbeitssicherheit gelagert und umweltverträglich entsorgt werden. Zusammen mit der geringen Flexibilität machen diese Anforderungen die Photolithographie zu einem Verfahren, das für hohe Stückzahlen geeignet ist.

⁸ MEYER, Uwe: Lithographie und LIGA, FH Jena

⁹ ZENGERLE, Roland: Mikrosystemtechnik 1

¹⁰ URL: <http://www.ltf-gmbh.com/produkte/lab_on_chip_strukturierung.html>, Stand: 16.08.2012

Mikrofräsen, Mikroerodieren und Laserablation sind für die Bearbeitung harter, verschleißfester Werkstoffe geeignet. Diese Fertigungsverfahren erweitern das Spektrum bearbeitbarer Materialien gegenüber der Photolithographie- und LIGA-Technik.

Mikrozerspanen

Mikrozerspanen umfasst verschiedene mechanische Methoden der Strukturierung, dazu gehören u. a. Fräsen, Bohren und Hobeln. Für die Erzeugung mikrofluidischer Bauteile ist insbesondere das Fräsen relevant.

Unter Fräsen wird der spanende Materialabtrag durch ein rotierendes Werkzeug verstanden. Die Formgebung wird über eine Relativbewegung zwischen eingespanntem Werkstück und Fräswerkzeug realisiert. Die Nutzung einer Computer Numeric Control (CNC)-Maschinensteuerung ermöglicht das Fräsen mit bis zu fünf Achsen. Komplexe dreidimensionale Formen können so erzeugt werden.

Je nach Rotationsrichtung der Schneide im Eingriffsbereich werden Gegen- und Gleichlaufräsen unterschieden.

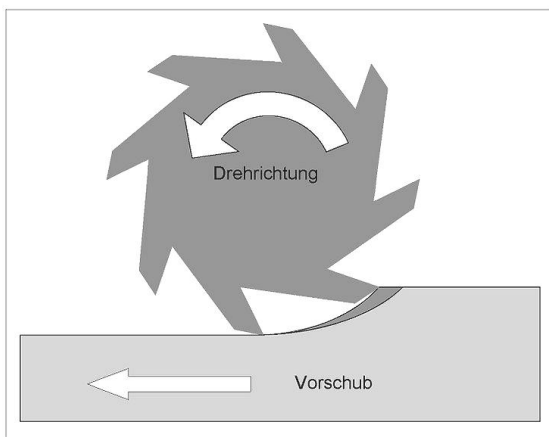


Abbildung 1 Gegenlaufräsen

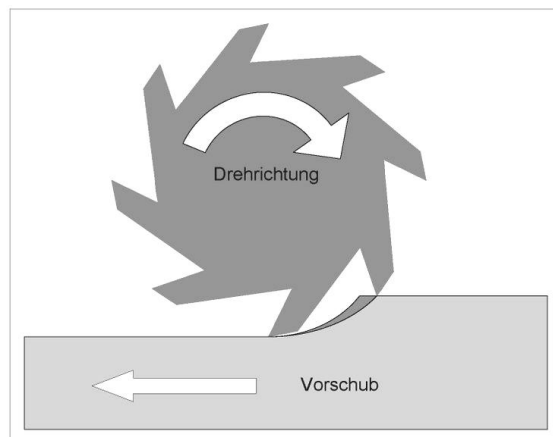


Abbildung 2 Gleichlaufräsen

Die zwei Verfahren werden in Abbildung 1 und 2 veranschaulicht. Beim Gegenlaufräsen gleitet die Schneide vor dem Eintreten über das Material und verfestigt das Gefüge. Es wird ein Span zunehmender Dicke abgehoben. Die erforderliche Kraft nimmt vom Eintritt der Schneide bis zum Ablösen des Spans zu, die Maschine wird nicht gleichmäßig belastet und neigt zu Vibrationen. Die Materialverdichtung führt zu hohem Druck an den Schneiden und einem starken Verschleiß des Werkzeugs.¹¹ Diese Variante wird daher nur zum Bearbeiten von Werkstoffen mit harter, kaum zu verfestigender Randzone genutzt.¹² Die im Gegenlauf gefrästen Oberflächen sind durch das Gleiten der Schneide glatt und wellig. Für die Herstellung mikrofluidischer Systeme ist das nachteilig.

Fräswerkzeuge im Gleichlauf rotieren im Eingriffsbereich in Vorschubrichtung. Die erforderliche Kraft ist beim Eintritt der Schneide am größten und nimmt kontinuierlich ab, so dass ein sich verjüngender Span abgehoben wird.

¹¹ URL: <www.wikipedia.org/wiki/fräsen>, Stand: 23.08.2012

¹² FISCHER, U.: „Fachkunde Metall“, S. 169

Es entstehen glattere Oberflächen als beim Gegenlaufräsen. Diese Verfahrensvariante erfordert absolute Spielfreiheit der Werkzeugmaschine. Das Werkzeug wird durch die wirkende Schneidkraft andernfalls ruckartig in Vorschubrichtung gerissen. Der geringere Verschleiß der Schneiden ermöglicht eine um 50 % höhere Prozessgeschwindigkeit gegenüber dem Gegenlaufräsen.¹³ Für die Mikrobearbeitung ist daher Gleichlaufräsen gebräuchlicher.

Mikrofräsen ermöglicht die Erzeugung der gewünschten Geometrie und die gezielte Anpassung der Oberflächenbeschaffenheit in einem Arbeitsschritt. Je nach Applikation können glatte, spiegelnde Oberflächen oder definierte Texturen, z. B. zur Minderung der Reibung, erzeugt werden. Mit monokristallinem Diamant als idealem Schneidwerkstoff werden die Werkstücke mit hoher Genauigkeit und geringer Rauigkeit bearbeitet. Den Diamantfräskopf in einer definierten, komplexen Form herzustellen, ist aufwendig und teuer. Stattdessen werden die Schneidwerkstoffe in einfachen Geometrien gefertigt. Die Formgebung wird über eine Relativbewegung zwischen Werkzeug und -stück realisiert. Mikrokugelpkopffräser, zylindrische Schaftfräser und Profilfräser sind zur Strukturierung mikrofluidischer Systeme gebräuchlich. Die Durchmesser der Fräswerkzeuge liegen typischerweise zwischen 300 µm und sechs Millimetern. Die Schneidköpfe der kleinsten erhältlichen Fräser haben Durchmesser von 30 µm.

Flexibilität, hohe Genauigkeit, gute Oberflächenqualität und ein breites Spektrum bearbeitbarer Materialien zeichnen das Mikrofräsen aus. Strukturgrößen von 50 µm und Aspektverhältnisse zwischen 5 mit Schaftfräser und 10 mit Profilfräser sind umsetzbar.¹⁴

Dem gegenüber stehen hohe Anforderungen an das Verfahren selbst. Die Werkzeugmaschine muss über eine hohe Steifigkeit und Dämpfung verfügen, um Schwingungen zu vermeiden. Ein hochpräziser Antrieb der Achsen ohne Hysterese ist für eine exakte Positionierung im Bereich einiger Mikrometer notwendig. Die Kraftwirkung muss definiert einstellbar sein, um einen gleichmäßigen Abtrag zu gewährleisten. Die hohen Drehzahlen der Fräswerkzeuge setzen minimale Rundlauf-Ungenauigkeiten von weniger als einem Mikrometer voraus. Die durch Reibung verursachte thermische Belastung verursacht einen chemischen Verschleiß des Diamantwerkzeugs. Definierte Temperaturen und Luftfeuchtigkeit sind ebenfalls für einen ungestörten Prozess erforderlich.

Seltener als Mikrofräsen wird Sandstrahlen als abrasives Strukturierungsverfahren für Kavitäten und Durchgangsbohrungen eingesetzt. Vorteil dieser Abtragsmethode ist die geometrische Freiheit. Die Strukturgrößen und die Präzision der Lithographie und des Mikrofräsens können mit diesem Verfahren nicht erreicht werden.

¹³ FRÖMMER, G.: „Zerspantechnik Fachbildung“, S. 118

¹⁴ EBERHARDT, Philipp: Entwicklung eines mikrofluidischen Systems zur Handhabung von Magnetpartikeln, S.34

Mikroerodieren

Ein Materialabtrag beim Funkenerodieren findet statt, wenn die Spannung zwischen einer Elektrode und dem Werkstück so hoch ist, dass es zu einem Durchschlag des elektrischen Feldes in dem dazwischen befindlichen dielektrischen Fluid kommt. Voraussetzung dafür ist ein elektrisch leitfähiges Werkstück und ein geringer Abstand zur Elektrode. Der durch den Überschlag erzeugte Funke schmilzt an Werkstück und Elektrode einen kleinen Volumenbereich auf. Das Material wird über das Fluid abtransportiert und Mikrokrater bleiben zurück. Der Abtrag an der Elektrode kann durch entsprechendes Einstellen der Prozessparameter und eine geeignete Materialwahl um eine Größenordnung geringer als die Ablation am Werkstück gehalten werden.

Die finale Kontur ist von der Elektrodenausführung und der Relativbewegung zwischen Werkzeug und Werkstück abhängig. Je nach Form der Elektrode sind funkenerosives Bohren, Schneiden und Senken umsetzbar.

Vorteile des Mikroerodierens sind die sehr gute Oberflächengüte und Kantenqualität, die hohe Fertigungsgenauigkeit und die Bearbeitbarkeit schwer zerspanbarer Werkstoffe. Das Einstellen der angelegten Spannung ermöglicht einen definierten Materialabtrag.

Die Anwendung des Mikroerodierens wird durch einige Nachteile beschränkt. Hauptproblem des Verfahrens ist die aufwendige und teure Herstellung von Elektroden mit komplexen Formen. Ähnlich wie beim Mikrofräsen werden daher Elektroden mit einfacher Geometrie verwendet und die Formgebung über die Relativbewegung zwischen Werkzeug und Substrat realisiert. Der starke Verschleiß durch den Materialabtrag bei jedem Funken erhöht die Prozesskosten zusätzlich. Das Spektrum einsetzbarer Werkstoffe ist zudem durch die Anforderung der elektrischen Leitfähigkeit stark einschränkt. Um gute Reproduzierbarkeit zu gewährleisten, ist ein exakt gleichbleibender Abstand zwischen Elektrode und Werkstück erforderlich. Damit ist eine hohe Einrichtungsdauer der Maschine verbunden. Eine exakte Werkzeugführung mit Genauigkeiten im Mikrometerbereich sind notwendig. Das Verfahren ist temperaturempfindlich und im Gegensatz zum Mikrofräsen vergleichsweise langsam und teuer.¹⁵

Lasermikrobearbeitung

Neben den genannten Methoden der Strukturierung findet auch die Lasermikrobearbeitung breite Anwendung auf diesem Gebiet. Formabtrag, sowie Laserstrahlschneiden und -bohren werden zur Strukturierung für mikrofluidische Anwendungen genutzt. Dabei kommen je nach Anwendungsfall verschiedene Laserquellen zum Einsatz. Die Wellenlänge der Laserstrahlung sollte für eine effiziente Bearbeitung auf das Absorptionsverhalten des Werkstoffs abgestimmt sein.

Wellenlänge und Strahlqualität haben zudem maßgeblichen Einfluss auf die Strukturauflösung. Laser werden sowohl im Pulsmodus, als auch im Dauerstrichbetrieb zur Strukturierung eingesetzt.

¹⁵ PFLEGING, W.: IVAM - Fachverband für Mikrotechnik, vol.39, 13. Jahrgang, April 2008

Entscheidende Parameter bei Pulslasern sind die Pulsdauer τ_H , die Fluenz H und Repetitierrate f_p . Je kürzer die zeitliche Dauer des Pulses, desto kürzer ist auch die Wechselwirkungszeit mit dem Material und damit der thermische Einfluss. Ultrakurzpulslaser ermöglichen einen nahezu schmelzfreien Abtrag und eine präzise Strukturierung. Die Fluenz ist ein Maß für die Pulsenergie pro Fläche und hat entscheidenden Einfluss auf die Abtragsrate, sowie auf die grundsätzliche Bearbeitbarkeit des Materials.

Für die Strukturierung von Polymerwerkstoffen, z. B. Polymethylenmethacrylat (PMMA), werden meist Excimerlaser eingesetzt, die zur Klasse der Gaslaser gehören. PMMA ist innerhalb eines großen Spektralbereichs transparent und erst unterhalb 360 nm stark absorbierend. Die Wellenlängentypischer Excimerlaser liegen zwischen 193 nm (ArF-Laser) und 351 nm (XeF-Laser). Die hohe Absorption bewirkt eine geringe Eindringtiefe der Strahlung und ermöglicht eine genaue Steuerung der Abtragstiefe.

Das unregelmäßige Strahlprofil von Excimerlasern macht eine Homogenisierung und ein Maskenverfahren erforderlich. Die Strukturen der Maske können über Projektion in einem wesentlich kleineren Maßstab auf dem Werkstück abgebildet werden. Dazu ist jedoch wie bei der Photolithographie die Herstellung einer speziellen Maske erforderlich.

Festkörperlaser finden breite Anwendung in der Mikrostrukturierung. Dazu gehören Scheiben-, Stab-, Faser- und Diodenlaser. Laser mit Nd:YAG-Kristall als aktives Medium emittieren Strahlung bei 1064 nm. Diese Laserquellen bilden die Grundlage für frequenzkonvertierte Strahlung der Wellenlänge 532 nm und 355 nm. Eine effektive Strukturierung aller Materialklassen wie Metalle, Polymere und Keramiken ist dadurch möglich. Strukturgrößen von zwei bis drei Mikrometer und Aspektverhältnisse bis 50 können realisiert werden.¹⁶

Neben der Mikrostrukturierung kann die Lasertechnik auch zur Oberflächenmodifikation und -funktionalisierung eingesetzt werden.¹⁷

CO₂-Laser, deren Wellenlänge mit 10,6 μ m im mittleren Infrarot liegt, gehören zur Klasse der Gaslaser. Sie werden zur großflächigen Bearbeitung, zum Bohren und Schneiden von Polymeren verwendet. Die Chips können im Anschluss mit einer Polymerfolie durch Laserdurchstrahlschweißen gedeckelt werden.¹⁵

Viele Mikrostrukturierungsverfahren sind nicht zur Massenproduktion geeignet. Lange Prozesszeiten und hohe Fertigungskosten, wie z. B. beim Mikrofräsen und -erodieren, sind für die Produktion hoher Stückzahlen ungünstig. Aus dem Grund werden Verfahren eingesetzt, die auf dem Abformen von einer Urform beruhen. Diese Replikationsverfahren sind schnell und kostengünstig für hohe Stückzahlen umsetzbar. Für die Technologien sind ebenfalls formgebende Verfahren zur Fertigung der Abformmatrize erforderlich. Die kann im Anschluss zur Herstellung vieler Bauteile verwendet werden.

¹⁶ EBERHARDT, Philipp: Entwicklung einesmikrofluidischen Systems zur Handhabung von Magnetpartikeln, S.35

¹⁷ PFLEGING, W.: GMM Fachbericht 53, VDE Verlag Berlin, Offenbach, 2007

2.2 Verfahren zur Replikation

Es gibt verschiedene Techniken zum Abformen von Matrizen. Mit polymeren Werkstoffen lassen sich mikrofluidische Chips unabhängig von der Komplexität der Strukturen herstellen.¹⁸ Häufig wird Polydimethylsiloxan (PDMS) wegen seiner günstigen Eigenschaften als Werkstoff für die Replikation verwendet: Dieses organische Polymer auf Siliziumbasis ist in weiten Wellenlängenbereichen transparent, biokompatibel und stabil gegenüber weniger aggressiven Chemikalien.¹⁹ Die Transparenz ist für die spektroskopische oder optische Charakterisierung der zu untersuchenden Testflüssigkeit auf einem LOC-System von Bedeutung.

Als Replikationstechniken für die Mikroabformung kommen verschiedene Urformverfahren, wie Heißprägen, Spritzprägen oder Spritzgießen zum Einsatz.²⁰ Industriell finden hauptsächlich die beiden letzteren Methoden Anwendung. Im Bereich der Forschung und Entwicklung steht die Produktion geringerer Stückzahlen bis hin zum Prototyping im Vordergrund. Für dieses Anwendungsgebiet bietet sich das Heißprägen an.

Heißprägen

Bei diesem Verfahren werden thermoplastische Polymerfolien bis zur Umformtemperatur erhitzt und im Vakuum zwischen einer Substratplatte und einem mikrostrukturiertem Formwerkzeug unter Krafteinwirkung geprägt. Auf diese Weise wird die Struktur des Werkzeugs invers auf das Polymer übertragen.²¹ Fluidikdesigns mit hohen Aspektverhältnissen und Strukturgrößen bis in den Nanometerbereich können durch Heißprägen umgesetzt werden. Diese Technik erlaubt das Abformen großflächiger, dünner Bauteile und ist dadurch für Anwendungen der Mikrooptik und der Mikrofluidik von Bedeutung. Mikrokapillarsysteme auf Mikrotiterplatten werden durch Heißprägen hergestellt.²² Durch die geringen Fließwege des Polymers ist dieses Verfahren sehr präzise und erlaubt Strukturgrößen von weniger als 1 µm.²³

Spritzgießen

Für das Spritzgießen werden Thermoplaste, die meist in Granulatform zugeführt werden, zu einer homogenen Schmelze erhitzt. Diese wird unter hohem Druck zwischen 500 und 2000 bar in das formgebende, temperierte Werkzeug gespritzt. Dem Volumenschwund durch das Abkühlen der Schmelze wird durch einen reduzierten Nachdruck bis zur Erstarrung des Polymers entgegen gewirkt. Beim Spritzgießen lassen sich im Vergleich zum Heißprägen kürzere Zykluszeiten realisieren und somit mehr Chips pro Zeiteinheit produzieren.²⁴

¹⁸ PETROVA-BELOVA, Ludmila: Dissertation, Karlsruher Institut für Technologie (KIT), 2010

¹⁹ SUTER Kunststoffe AG, J.: Technisches Datenblatt Sylgard 184

²⁰ HECKELE, M.: Journal of Micromechanics and Microengineering, vol. 14, S. R1 - R14, 2004

²¹ WORGULL, M.: Dissertation, Institut für Mikrostrukturtechnik, Karlsruhe, 2003

²² GUBER, A. E.: Chemical Engineering Journal, vol. 101, S. 447 - 453, 2004

²³ GOTTSCHLICH, N.: „Kunststoffe für Microarrays und Mikrofluidik“, Labor Praxis, 2004

²⁴ GOTTSCHLICH, N.: „Kunststoffe für Microarrays und Mikrofluidik“, Labor Praxis, 2004

Spritzprägen

Das Spritzprägen ähnelt dem Verfahren des Spritzgießens. Die Kunststoffschmelze wird dabei jedoch in eine nicht vollständig geschlossene Form gespritzt, die während des Erstarrungsprozesses zusammen gepresst wird. Der gleichmäßige Schließdruck sorgt für die endgültige Formgebung des Bauteils. Das Spritzprägen ist dadurch präziser als das Spritzgießen.

Häufig werden die strukturierten Substrate nach der Fertigung je nach Applikation und verwendetem Material vollständig oder lokal funktionalisiert. So kann durch eine hydrophobe oder hydrophile Beschichtung das Benetzungsverhalten gezielt beeinflusst werden. Bestimmte Applikationen erfordern eine Biofunktionalisierung, z. B. durch geeignete Polymerschichten oder den Einsatz spezieller Fängermoleküle.²⁵

Zusammenfassung des Stands der Technik

Trotz der zahlreichen verfügbaren Fertigungsmethoden können nicht alle Anforderungen und Bedürfnisse von Industrie und Forschung erfüllt werden. So ermöglichen Mikrofräsen und Mikroerodieren präzises Strukturieren mit guter Oberflächenqualität, erfordern aber Werkzeugmaschinen hoher Qualität. Fräswerkzeuge und Erodier Elektroden sind teuer und unterliegen einem ständigen Verschleiß. Die Verfahren sind relativ langsam und auf bestimmte Materialgruppen beschränkt.

Aus der Bestrebung zur Kompensation der Mängel heraus werden verschiedene Methoden miteinander kombiniert. Z. B. werden PMMA-Substrate mit konventionellen Fräsmethoden in ausreichender Oberflächenqualität und schnell strukturiert und anschließend mit Excimerlasern nachbearbeitet. Auch Kombinationen aus Mikrofräsen und funkenerosivem Bohren mit zylindrischen Elektroden finden Anwendung.

Es besteht Bedarf an einem Verfahren, das die schnelle, kostengünstige und präzise Herstellung von Matrizen mit variablen Fluidikdesigns und Strukturtiefen mit einem Werkzeug erlaubt. Diese Matrizen sollen aus verschiedenen Materialien bestehen können und zum Abformen funktionsfähiger, mikrofluidischer Systeme in möglichst hohen Stückzahlen geeignet sein. Auch Methoden zur direkten Herstellung der Bauteile sind erstrebenswert, wenn sie in Kosten und Effizienz zu den Replikationstechnologien konkurrenzfähig sind.

²⁵ LÄNGE, Kerstin: Karlsruher Institut für Technologie, IMT

3 Zielstellung der Arbeit

Die Mängel der konventionellen Methoden zur Herstellung mikrofluidischer Systeme erfordern eine alternative Variante. Die flexible, schnelle und wirtschaftliche Umsetzung verschiedener Mikrofluidikdesigns steht dabei im Vordergrund. Insbesondere die siliziumbasierten Fertigungsverfahren sind für die typischerweise geringen Stückzahlen in Forschung und mittelständischen Unternehmen ungeeignet.

Die Zielstellung der Arbeit ist es, eine Werkstoff-Werkzeug-Kombination zu ermitteln, die das Herstellen der Matrizen erlaubt und dabei Flexibilität, Präzision, Effizienz und Wirtschaftlichkeit vereint. Die Nachteile der bisher eingesetzten Verfahren, wie mangelnde Anpassungsfähigkeit des Designs, großer Zeitaufwand und hohe Produktionskosten sollen bei der neuen Strukturierungsvariante vermieden werden. Ziel ist auch die Nutzung des Potential der Werkstoffe, die mit den vorgestellten Verfahren nicht oder nur eingeschränkt bearbeitbar sind. Robuste, harte und verschleißarme Materialien für möglichst viele Replikationen müssen mit dem Verfahren bearbeitbar sein. Der gewählte Werkstoff muss weiteren Anforderungen genügen, wie Beständigkeit gegenüber hohen Temperaturen und Chemikalien und geeigneter Biokompatibilität. Die Methode muss eine präzise und effektive Bearbeitung ermöglichen.

Die konkreten Anforderungen an die Werkstoff-Werkzeug-Kombination ergeben sich aus den jeweiligen Applikationen. Im Rahmen dieser Arbeit soll beispielhaft ein ausgewähltes mikrofluidisches Design umgesetzt werden. Bei der LOC-Anwendung handelt es sich um einen Multiorganchip (MOC). MOCs sind Biochipplattformen, die die Untersuchungen an Zellen und Organoiden ermöglichen, die sich in einem miniaturisierten Kreislauf befinden (siehe Abbildung 3). Analog zum menschlichen Körper kann auf diese Weise eine Interaktion zwischen verschiedenen Zelltypen stattfinden. So kann neben der Wirkung verschiedener Reagenzien auf ein bestimmtes Gewebe auch der Einfluss auf den gesamten Stoffwechsel untersucht werden.²⁶ Die minimale Strukturgröße des ausgewählten mikrofluidischen Designs ist ca. 200 µm. Für eine funktionierende Abformung muss die Strukturtiefe idealerweise zwischen 80 µm und 150 µm betragen.

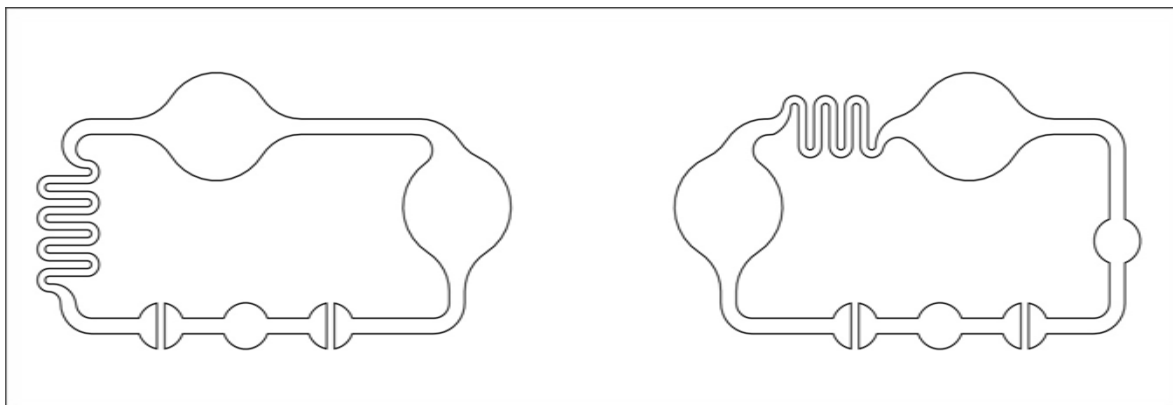


Abbildung 3 Verwendetes Fluidikdesign für den Multi-Organ-Chip (MOC)

²⁶ URL: < <http://www.medbt.tu-berlin.de/menue/neuigkeiten/> >, Stand: 16.08.2012

MOCs werden für pharmazeutische Untersuchungen eingesetzt. Die Versuchsdauer normaler Tests liegt bei 28 Tagen, chronische Tests werden über 90 Tage durchgeführt. Die Funktionsfähigkeit der Chips muss über den gesamten Zeitraum gewährleistet sein. Aus diesem Grund müssen parasitäre Kapillarkräfte durch Mikropalte vermieden werden.

Bisher wurden für die Fertigung photolithographisch strukturierte Silizium- bzw. Silizium-Glas-Substrate eingesetzt. Das MOC-Design ist wenig detailliert und die Matrize damit entsprechend robust. Zwischen zehn und 20 Replikationen können erzeugt werden, bevor die hydrophobe Teflonbeschichtung dieser Matrizen in einem CVD-Prozess erneuert werden muss.²⁷ Ein Ausbrechen der Strukturen ist bei diesem Design nicht zu erwarten.

Bei fluidischen Designs mit kleineren Strukturen können mit den lithographisch hergestellten Matrizen erfahrungsgemäß nur bis maximal zehn Abformungen durchgeführt werden. Feine Kanalstrukturen brechen häufig beim Ablösen des ausgehärteten Polymers aus. Perspektivisch soll die neue Herstellungsmethode auch für diese anspruchsvolleren Fluidikdesigns anwendbar sein.

Prämisse der Untersuchungen ist die Funktionalität der mikrofluidischen Bauteile. Die erzeugten Abformmatrizen müssen nicht nur hinsichtlich geometrischer Abmessungen den Anforderungen der Applikation genügen, sondern in erster Linie anwendbar sein. Das präzise Übertragen der Struktur auf das eingespritzte Polymer ist dafür notwendig. Aus Gründen der Wirtschaftlichkeit sollte die Matrize beim Ablösen des ausgehärteten Materials funktionsfähig bleiben, prinzipiell ist das Verfahren auch mit einer verlorenen Form möglich. Das Befestigen der abgeformten Chips auf plane Substrate erfordert eine hohe Oberflächengüte, um Mikropalte und damit verbundene parasitäre Kapillareffekte zu vermeiden. Diese führen zu einem unerwünschten Transport der Testflüssigkeiten aus den mikrofluidischen Kanälen und damit zu verfälschten Messergebnissen bis hin zum Ausfall des Bauteils. Zu große Rauigkeiten führen zudem zu Spannungen im Glassubstrat, die sich durch Werkstoffversagen abbauen können.

Das Ziel ist der Arbeit kann wie folgt zusammengefasst werden:

- effiziente Strukturierung eines ausgewählten Materials durch ein geeignetes Verfahren
- schnelle und flexible Umsetzung eines Fluidikdesigns
- Fertigung funktionaler Abformmatrizen
- zerstörungsfreies Ablösen des ausgehärteten Polymers
- dauerhaftes Bonden der PDMS-Chips ohne Mikropalte auf ein Glassubstrat.

²⁷ SONNTAG, F.; SCHMIEDER, S.: Fraunhofer IWS, Arbeitsgruppe Mikrobearbeitung, 2012

4 Auswahl von Material und Verfahren

Mikrofluidische Systeme müssen gegenüber chemischen Substanzen resistent und biokompatibel sein. Biokompatibilität ist die Eigenschaft eines Werkstoffs, im direkten Kontakt mit lebendem Gewebe keinen negativen Einfluss auf dessen Stoffwechsel zu haben. Für LOC-Anwendungen sind biokompatible Werkstoffe eine zwingende Voraussetzung.

Metalle besitzen günstige mechanische Eigenschaften, wie Stabilität, gute Verformbarkeit und Elastizität. Sie verfügen über die notwendige Härte und lassen sich durch verschiedenste Verfahren effizient und präzise strukturieren. Spezielle Metalle, wie rostfreier Stahl, Titan und Titanlegierungen sind biokompatibel. Nachteil der Metalle ist die mögliche Entstehung von Korrosion und das damit verbundene Freiwerden von Metallionen.²⁸

Der Einsatz von Polymeren ist auf Grund ihrer guten Verarbeitbarkeit und hohen Biokompatibilität gebräuchlich. Die Eigenschaften sind während der Herstellung in weiten Bereichen definiert einstellbar und können so für Applikationen gezielt beeinflusst werden. Kunststoffe sind meist kostengünstig und zeichnen sich durch gute optische Eigenschaften aus, z. B. Transparenz in großen Spektralbereichen. Polymere sind allerdings nur bedingt beständig gegenüber Säuren, Laugen und Lösungsmitteln. Häufig ist der Vernetzungsgrad eigenschaftsbestimmend. Ultraviolette Strahlung zur Belichtung bei photolithographischer Strukturierung und Heißprägeprozesse sind daher für Polymere ungeeignete Bearbeitungsmethoden. Speziell entwickelte Kunststoffe wie Polyimid sind auch für hohe Temperaturen einsetzbar und weitgehend beständig gegenüber Chemikalien. Diese Werkstoffe sind jedoch kostenintensiver als die klassischen Polymere.

Die Abformmatrizen sollten aus einem robusten, beständigen Material bestehen, um möglichst vielen Abformungen stand zu halten. Keramiken besitzen die notwendige Stabilität, sie sind hart und schwer verformbar. Keramische Werkstoffe vereinen zahlreiche Vorteile, wie chemische und oxidative Inertheit, hohe Härte, Verschleiß- und Druckfestigkeit, und Hochtemperaturbeständigkeit.²⁹ Durch diese Eigenschaften sind sie eine vielversprechende Alternative zu Matrizen aus Silizium, Polymeren oder Metallen. Der Vorteil der hohen Härte in der Anwendung ist jedoch für die Bearbeitung der Keramiken häufig problematisch. Keramiken lassen sich mit mechanischen Verfahren wie Fräsen oder Sandstrahlen nicht effektiv strukturieren, da die Werkzeuge häufig ebenfalls aus keramischen Werkstoffen bestehen. Photolithographie ist auf Grund der Resistenz von Keramiken gegenüber den meisten Säuren und Laugen ungeeignet. Für die effektive und präzise Herstellung einer keramischen Matrize muss daher ein geeignetes Verfahren eingesetzt werden.

²⁸ BOGDANSKI, D.: Dissertation, Ruhr-Universität Bochum, S. 3

²⁹ BERGMANN, W.: Werkstofftechnik 1, S 405

4.1 Low Temperature Co-fired Ceramics (LTCC)

Als Material für die Untersuchungen wurde eine Low Temperature Co-fired Ceramic (LTCC) gewählt. LTCCs sind gestapelte, laminierte Grünfolien, die aus Aluminiumoxidkeramik bestehen und die für Keramiken typischen Vorteile besitzen. Sie halten hohen Temperaturen und Chemikalien stand und zeichnen sich durch gute Biokompatibilität aus.³⁰ Neben Aluminiumoxidkeramik sind Lösungsmittel, organische Binder, Dispergiermittel und verschiedene Zuschläge wie Netzwerkbildner in der LTCC enthalten. Netzwerkbildner sind die Bestandteile, die die molekulare Grundstruktur von Glas bilden. Diese schmelzen während des Sinterprozesses bei Temperaturen unter 1000°C und verbinden die Keramikfolien.³¹ Dreidimensionale Formen sind durch Strukturieren der einzelnen Grünfolien vor dem Stapeln herstellbar, was eine denkbare Methode für die Matrizenherstellung ist.³²

Um die Vorteile des gewählten Materials nutzen zu können, muss ein geeignetes Fertigungsverfahren eingesetzt werden. Eine flexible Strukturierung von Keramiken ist mit Lasermikrobearbeitung umsetzbar. Die Laserquelle muss dabei auf den verwendeten Werkstoff abgestimmt werden. Für effizientes Bearbeiten ist eine ausreichende Absorption der Wellenlänge der Laserstrahlung durch das Material erforderlich. Das Absorptionsverhalten wird über die Messung reflektierter oder transmittierter Strahlungsanteile bestimmt. Die Dicke der Keramiksubstrate von ca. 1,5 mm erforderte eine Messung der diffusen Reflexion.

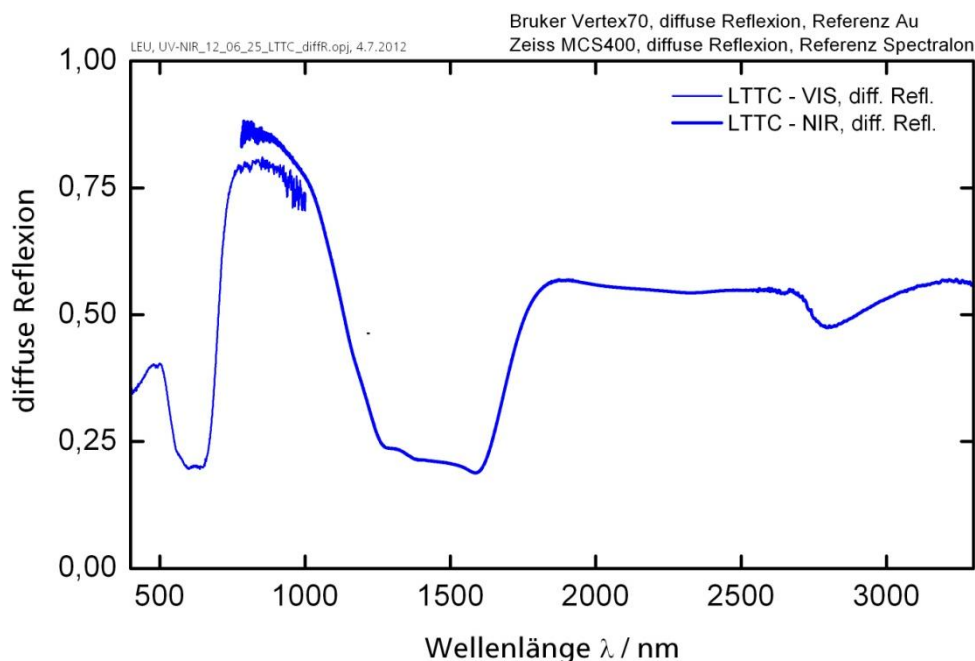


Abbildung 4 Zusammengesetztes Spektrum der diffusen Reflexion der LTCC in Abhängigkeit der Wellenlänge

³⁰ URL: <http://www.ltf-gmbh.com/produkte/lab_on_chip.html> Stand: 16.08.2012

³¹ URL: <http://www.ltcc-consulting.com/LTCC_technology> Stand: 11.07.2012

³² URL: <http://de.wikipedia.org/wiki/Low_Temperature_Cofired_Ceramics> Stand: 11.07.2012

Die Messwerte sind in Abbildung 4 dargestellt. Der Reflexionsgrad weist bei etwa 800 nm ein lokales Maximum von ca. 80 % auf. Der Absorptionsgrad des Materials ist somit gemäß der Beziehung

$$R + A + T + S = 1$$

Formel 1 Energieerhaltung in der Optik

bei der typischen Laserwellenlänge von 1064 nm nur im Bereich einiger Prozent. Die Transmission kann bei der Dicke der untersuchten Probe vernachlässigt werden. Das Ergebnis der Messung wurde bei der Wahl der Laserquelle berücksichtigt.

Abbildung 5 zeigt die Bruchkante eines LTCC-Substrats in 1000-facher Vergrößerung unter dem Rasterelektronenmikroskop (REM). Im Bild wird die heterogene Zusammensetzung des Gefüges verdeutlicht. Die Porosität des Materials ist typisch für keramische Werkstoffe und in der Herstellung durch einen Sinterprozess begründet.

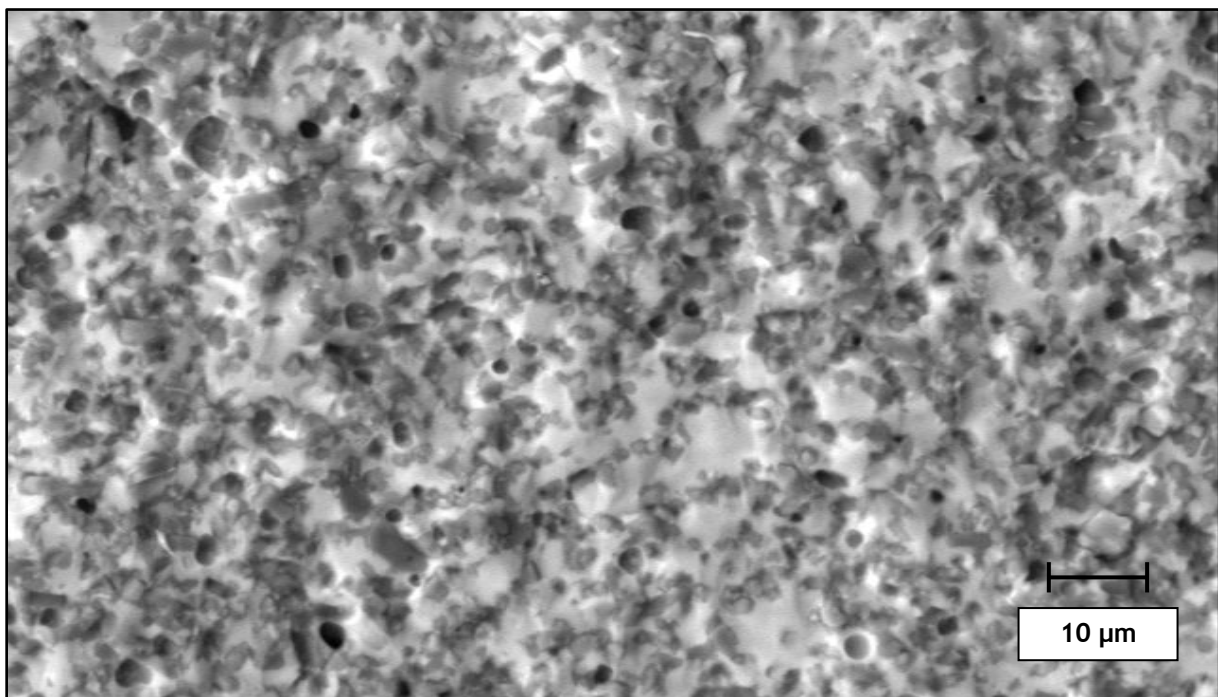


Abbildung 5 REM-Aufnahme einer 1000-fachen Vergrößerung einer Bruchkante der LTCC ³³

³³ aufgenommen am Laserinstitut Mittelsachsen e.V.

4.2 Strukturieren mit Ultrakurzpulslaser

Die Vorteile des Strukturierens mit Laserstrahlung sind nicht nur durch die gute Bearbeitbarkeit keramischer Werkstoffe begründet. Laser ermöglichen auf Grund des lokal begrenzten Energieeintrags eine schlagartige Ablation sehr kleiner Volumina. Dadurch erreicht das Verfahren hohe Präzision und gute Oberflächenqualitäten.

Der Laserstrahl ist ein Werkzeug unbestimmter Schneide und eignet sich zur Erzeugung vielfältiger Geometrien. Für die Ablation definierter Strukturen können Masken- und Scannerverfahren eingesetzt werden. Bei Scannerverfahren erfolgt das Auslenken des Laserstrahls auf dem Material durch verkippbare Spiegel. Eine Änderung des Fluidikdesigns erfordert keine neue Maske, sondern ein Anpassen in der Software. Die geforderte Flexibilität wird mit dieser Verfahrensvariante erfüllt.

Bei der Wahl der Laserquelle wurden verschiedene Kriterien, wie das Absorptionsverhalten der Keramik, berücksichtigt. Ziel des Verfahrens ist eine schnelle und präzise Ablation. Ein geringer Wärmeeintrag in das Material ist von Vorteil, um thermisch induzierte Spannungen im Substrat zu vermeiden. Eine Schmelzbildung der Glasphase kann zu Spritzern und Gratbildung führen. Für einen geringen thermischen Einfluss ist daher eine Bearbeitung im Pulsregime dem Dauerstrichbetrieb vorzuziehen. Je kürzer die Pulsdauer, desto geringer ist die thermische Belastung des Materials. Eine möglichst schmelzfreie Ablation erfordert sehr kurze Laserpulse mit hohen Pulsenergien. Aus dieser Überlegung heraus wurde für die Untersuchungen ein Ultrakurzpulslaser gewählt. Das System besteht aus einem Seedlaser, der mit einer Frequenz von ca. 82 MHz Laserpulse generiert und einem Verstärker, der mit Hilfe eines Pulspickers maximal jeden zehnten Puls verstärkt. Der Laser kann somit mit Repeterraten zwischen 200 kHz und maximal 8,2 MHz betrieben werden. Ein Pulse-on-Demand Modus ermöglicht zudem die Bearbeitung mit niedrigeren Frequenzen, bis hin zu Einzelpulsen. Bei dieser Variante werden Pulse mit 200 kHz emittiert und die unerwünschten über die Wechselwirkung mit einem Beam Dump - ein Absorber - vernichtet.

Die Wellenlänge der Laserstrahlung ist in der Materialbearbeitung ein entscheidender Parameter. Um einen effektiven Abtrag zu realisieren, muss der Werkstoff im Bereich der Wellenlänge ein geeignetes Absorptionsverhalten besitzen. Der Einsatz eines Ultrakurzpulslasers relativiert diese Bedingung durch das Auftreten nichtlinearer Effekte. Die Multiphotonenabsorption erlaubt eine effektive Bearbeitung der Keramik auch in spektralen Bereichen niedriger Absorption.

Dieser nichtlineare Effekt beruht auf der quasi gleichzeitigen Absorption zweier oder mehrerer Photonen durch ein Molekül oder Atom. Entspricht die Summe der Photonenenergien der Differenz der Energiezustände der Elektronen, können diese angeregt werden.

$$\Delta E = E_2 - E_1 = h \cdot \nu_1 + h \cdot \nu_2$$

Formel 2 Multiphotonenabsorption

Für diesen Prozess ist eine hohe räumliche und zeitliche Photonendichte erforderlich, d. h. die Photonen müssen in einem Abstand von ca. 0,1 fs auf das Molekül oder Atom treffen.³⁴ Ultrakurzpulslaser erfüllen diese Bedingung.

Bei welcher Wellenlänge die ultrakurzen Pulse emittiert werden, spielt somit eine untergeordnete Rolle. Neben der Pulsdauer sind die Pulsenergie und die Strahlqualität des Lasers von Bedeutung.

4.2.1 Aufbau der Laseranlage

Der Seedlaser des ausgewählten Ultrakurzpulslasers ist ein Stablasers mit Nd:YAG als aktivem Lasermedium. Die emittierte Strahlung hat somit eine Wellenlänge von 1064 nm. Frequenzkonversion ermöglicht neben der Grundwellenlänge die Bearbeitung mit der zweiten (532 nm) und dritten Harmonischen (355 nm). Physikalische Grundlage dafür ist ein nichtlinearer optischer Effekt. Dieser beruht auf Polarisierung, der Auslenkung geladener Teilchen durch elektromagnetische Strahlung. In schwachen elektrischen Feldern ist der Zusammenhang zwischen Feldstärke und Polarisierung linear. Diese Näherung muss für Strahlung mit hoher Leistungsflussdichte, wie Laserstrahlung, um nichtlineare Terme ergänzt werden. Die polarisierten Atome emittieren verzögert Strahlung, aus der Dauer dieser Wechselwirkung ergibt sich die materialspezifische Ausbreitungsgeschwindigkeit. Die emittierte Strahlung setzt sich aus Teilwellen verschiedener Frequenzen zusammen, die ganzzahlige Vielfache der Fundamentalfrequenz sind. Diese Teilwellen können sich nur zu einer makroskopischen Welle ausbreiten, wenn eine Phasenanpassung stattfindet. Die an verschiedenen Stellen im Material entstehenden Wellen müssen sich konstruktiv überlagern. Die Phasengeschwindigkeit von Grundwelle und Harmonischen muss gleich sein. Diese Bedingung wird nicht erfüllt, wenn Materie normale Dispersion aufweist. Die Phasengeschwindigkeit ist zudem frequenzabhängig. Nichtlineare Kristalle, z. B. Lithiumniobat, ermöglichen eine Phasenanpassung und somit die Erzeugung einer Frequenzvervielfachen.³⁵

Die fundamentale Wellenlänge des verwendeten Lasers ermöglicht eine Bearbeitung mit der maximalen mittleren Leistung P_{AV} von 30,1 W und einer Pulsenergie E_p von ca. 150 μ J bei einer Pulsrepetierrate von 200 kHz.

³⁴ URL: < <http://de.wikipedia.org/wiki/Zwei-Photonen-Absorption> > Stand: 23.07.2012

³⁵ GRONENBORN, Stefan: Frequenzkonversion, Universität Bonn, 2006

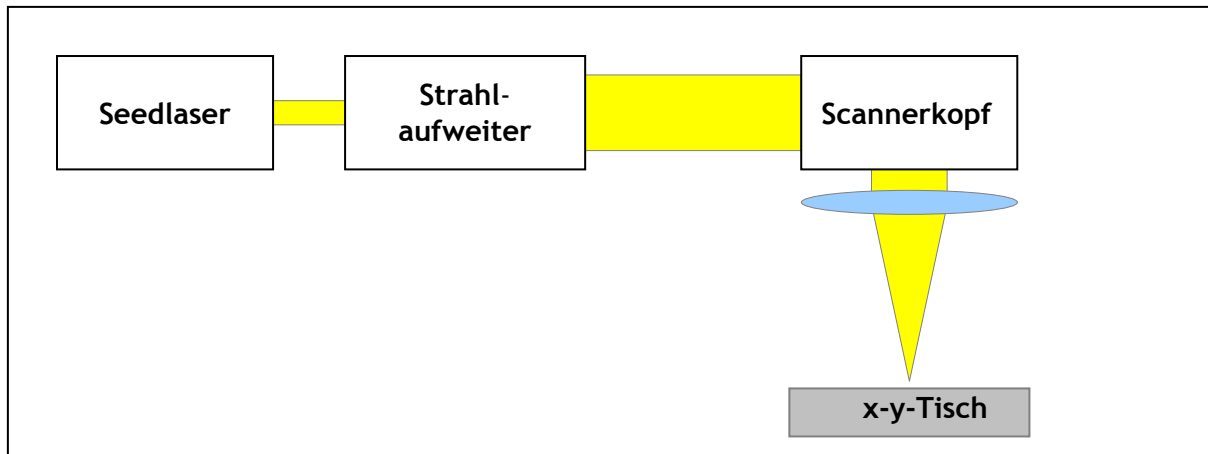


Abbildung 6 Schematischer Aufbau des Lasers

Der prinzipielle Aufbau des Lasersystems ist in Abbildung 6 dargestellt. Ein Teleskop als Strahlaufler vergrößert den Durchmesser des ausgekoppelten Strahls etwa von 3 mm auf 8 mm. Nach folgender Beziehung ist der Fokusradius ω_0 indirekt proportional zum Strahlradius vor der Optik:

$$\omega_0 \sim \frac{\lambda \cdot f}{\omega_{vor}}$$

Formel 3 Fokusradius

Die Strahlauflerung dient somit der besseren Fokussierbarkeit. Die Intensität wird unter der Annahme eines kreisförmigen Strahlflecks wie folgt definiert:

$$I = \frac{P}{A} = \frac{P}{\pi \cdot r^2}$$

Formel 4 Intensität

Die Strahlauflerung dient der Intensitätsabsenkung vor den Scannerspiegeln und der Fokussieroptik und zugleich der Intensitätserhöhung im Fokus. Die optischen Elemente werden dadurch vor Zerstörung geschützt, da durch Multiphotonenabsorption auch in diesem Spektralbereich transparente Medien bearbeitet werden können. Die Strahlauflerung verhindert diesen Effekt.

Die galvanometrisch betriebenen Scannerspiegel ermöglichen eine Strahlauslenkung mit Geschwindigkeiten über Grund von bis zu 100 m/s bei einem Meter Arbeitsabstand. Bei den größten zur Verfügung stehenden Brennweiten von 255 mm entspricht das einer maximalen Scangeschwindigkeit von ca. 25000 mm/s auf dem x-y-Werktisch.

Da der Laser im Pulsregime betrieben wird, ergibt sich aus Vorschub v , Fokusbereich d_f und Pulsrepetierrate f_p ein Pulsüberlapp u_f (siehe Formel 5 und Formel 6).

$$u_f = \frac{d_f - \Delta p}{d_f}$$

Formel 5 Pulsüberlapp

$$\Delta p = \frac{v}{f_p}$$

Formel 6 Vorschubstrecke

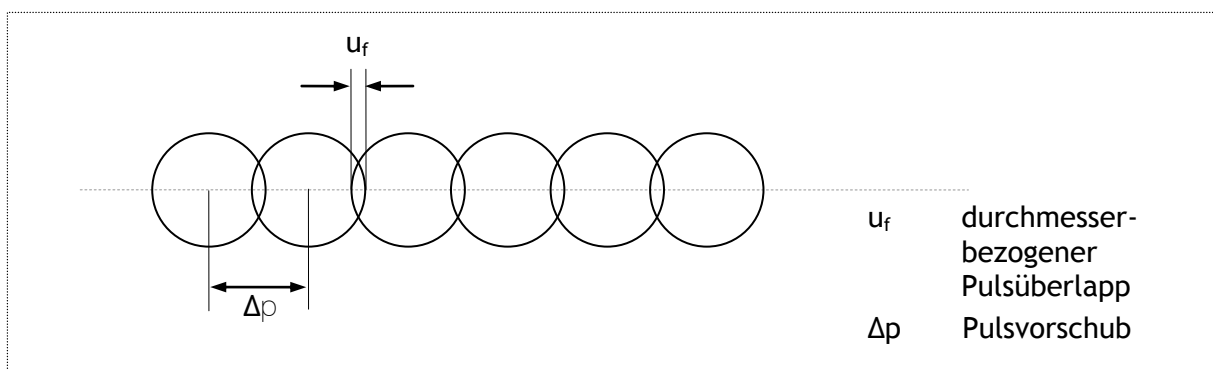


Abbildung 7 Schematische Darstellung der Pulsüberlappung

Abbildung 7 veranschaulicht die Entstehung des Pulsüberlapps. Mit einer Frequenz von 200 kHz, einer Scangeschwindigkeit von 750 mm/s und einem Fokusbereich von 100 μm ergibt sich:

$$u_f = \frac{0,1 \text{ mm} - \left(\frac{750 \frac{\text{mm}}{\text{s}}}{200 \text{ kHz}} \right)}{0,1 \text{ mm}} = 0,9625 = 96,25 \%$$

Ein zunehmender Pulsüberlapp bewirkt einen höheren Energieeintrag pro Fläche und damit eine ansteigende Abtragstiefe. An der Wirkstelle entsteht eine Flanke mit dem Winkel φ , deren Fläche sich mit zunehmender Ablation vergrößert. Die Intensität, die die Leistung pro Fläche angibt, sinkt dadurch und es entsteht mehr Schmelze.³⁶

³⁶ SCHMIDT-SANDTE, T.: Dissertation, Technische Universität Braunschweig, 2002

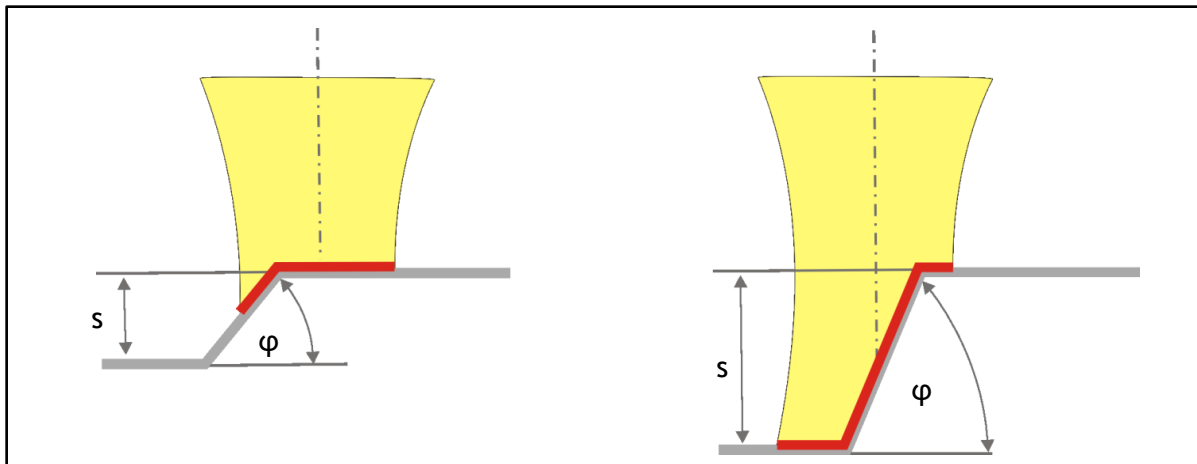


Abbildung 8 Flankenbildung bei höherem Pulsüberlapp

Der Pulsüberlapp hat einen maßgeblichen Einfluss auf das Abtragsverhalten und die Oberflächenrauigkeit. Untersuchungen an Metallen haben ergeben, dass der Schmelzaustrieb bei Pulsüberlappungen von mehr als 80 % zu einer erhöhten Rauheit führt.³⁷ Ein geringer Pulsüberlapp von unter 25 % verursacht ebenfalls einen Anstieg der Oberflächenrauigkeit.³⁸

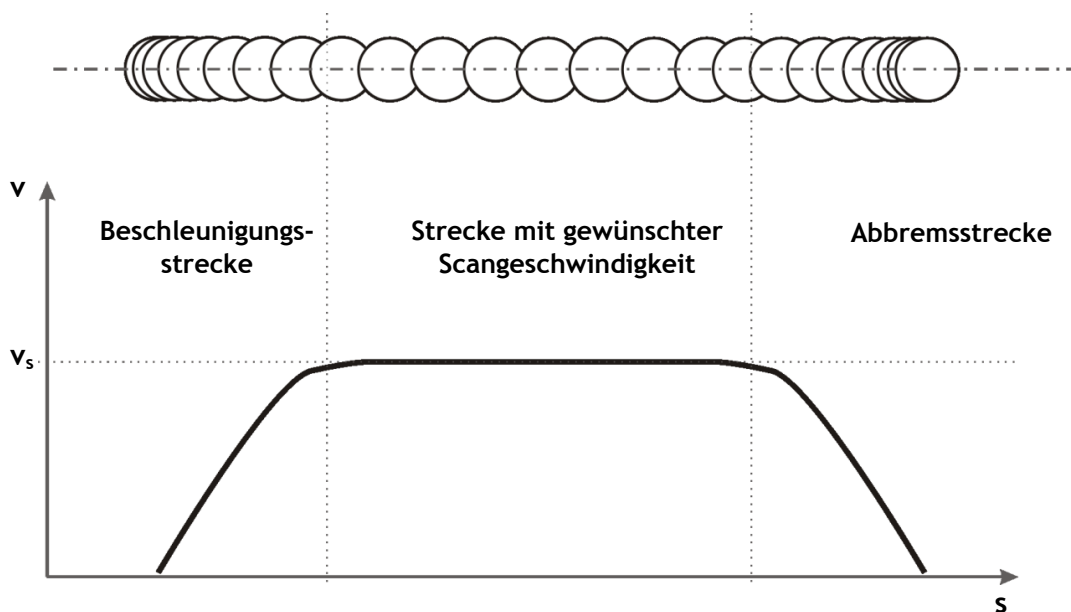


Abbildung 9 Pulsüberlappung in Abhängigkeit der Scangeschwindigkeit

Eine Veränderung des Pulsüberlapps im Bereich der Beschleunigungsstrecken der Strahlableitungen ist zu vermeiden, da dies einen signifikanten Einfluss auf das Abtragsergebnis hat. Abbildung 9 veranschaulicht die Erhöhung des Pulsüberlapps im Bereich der Beschleunigungsstrecken. Für einen gleichmäßigen, definierten Abtrag ist dieser Effekt nachteilig. Laserdelays und „Skywriting-Modi“ werden genutzt, um die Beschleunigungs- und Abbremswege außerhalb der gewünschten Struktur bei ausgeschaltetem Laser zu fahren.

³⁷ GILLNER, Arnold: „Microstructuring with Nd:YAG-Lasers“, Erlangen, 1997

³⁸ LÄSSIGER, Bernd: Dissertation, Technische Hochschule Aachen, 1994

4.2.2 Charakterisierung von Laserkenngrößen

Für die Reproduzierbarkeit des Verfahrens ist es erforderlich, die anlagenspezifischen Kenngrößen des Lasers zu charakterisieren und in allgemein gültige zu überführen. Nur so ist gewährleistet, dass die Ergebnisse der Untersuchungen mit Resultaten von anderen Laseranlagen verglichen bzw. zu einem späteren Zeitpunkt wiederholt werden können. Die Alterung optischer Elemente, z. B. eine Degradation der Pumpdioden einer Anlage, führt durch veränderte Laserstrahleigenschaften bei gleichen Einstellungen zu anderen Ergebnissen.

Das Charakterisieren eines Laserstrahls erfordert die Kenntnis von Leistungs- und Pulsenergiewerten, der Pulsdauer und der räumlichen Strahleigenschaften, wie Fokusdurchmesser und Divergenzwinkel.

Leistungs- und Pulsenergiemessung

Da mit der Absorption an den strahlführenden und -formenden Elementen Leistungsverluste einher gehen, wurde an verschiedenen Stellen des optischen Wegs eine Leistungsmessung durchgeführt. In Tabelle 1 sind die Messwerte für die drei verschiedenen Wellenlängen aufgeführt.

1064 nm	Leistung in Abhängigkeit des Strahlengangs			
Repetierrate f_p	Resonatorausgang	60 mm - Optik	80 mm - Optik	255 mm - Optik
kHz	W	W	W	W
200	36,0	32,6	31,4	31,1
532 nm	Leistung in Abhängigkeit des Strahlengangs			
Repetierrate f_p	Resonatorausgang	60 mm - Optik	100 mm - Optik	165 mm - Optik
kHz	W	W	W	W
200	22,3	21,9	19,4	19,4
355 nm	Leistung in Abhängigkeit des Strahlengangs			
Repetierrate f_p	Resonatorausgang	60 mm - Optik	103 mm - Optik	250 mm - Optik
kHz	W	W	W	W
200	10,84	9,8	9,32	9,32

Tabelle 1 Leistungsmessung der Wellenlängen mit verschiedenen Optiken

Die Leistung wurde am Resonatorausgang und hinter den verschiedenen zur Verfügung stehenden Optiken gemessen. Durch Transmissionsverluste an den Optiken sind die Leistungen zur Bearbeitung erwartungsgemäß niedriger, als die am Laserausgang gemessenen. Weiterhin belegt die Messung den mit der Frequenzkonversion einhergehenden Leistungsverlust. An der 60 mm - Optik sind die Verluste bei allen Wellenlängen am geringsten. Bei den längeren Brennweiten betragen die gemessenen Werte ca. 86 % der Ausgangsleistung am Resonatorausgang.

Der Einfluss der Pulsrepetierrate auf Laserleistung und Pulsenergie wurde bei der Grundwellenlänge und der Frequenzverdreifachten ermittelt. Die Messwerte sind in Tabelle 2 aufgelistet.

Leistungsmessung bei Variation von f_p			
Wellenlänge	Repetierrate f_p	mittlere Leistung P_{AV}	Pulsenergie E_p
nm	kHz	W	μJ
1064	200	31,1	155,5
	500	34,9	69,8
	1000	36,3	36,3
	4100	36,1	8,8
	8200	36,1	4,4
355	200	9,32	46,60
	500	6,03	12,06
	1000	2,86	2,86
	4100	0,45	0,11
	8200	0,14	0,02

Tabelle 2 Laserleistung und Pulsenergie bei Variation der Repetierrate

Die gemessenen Werte sind in Diagramm 1 veranschaulicht.

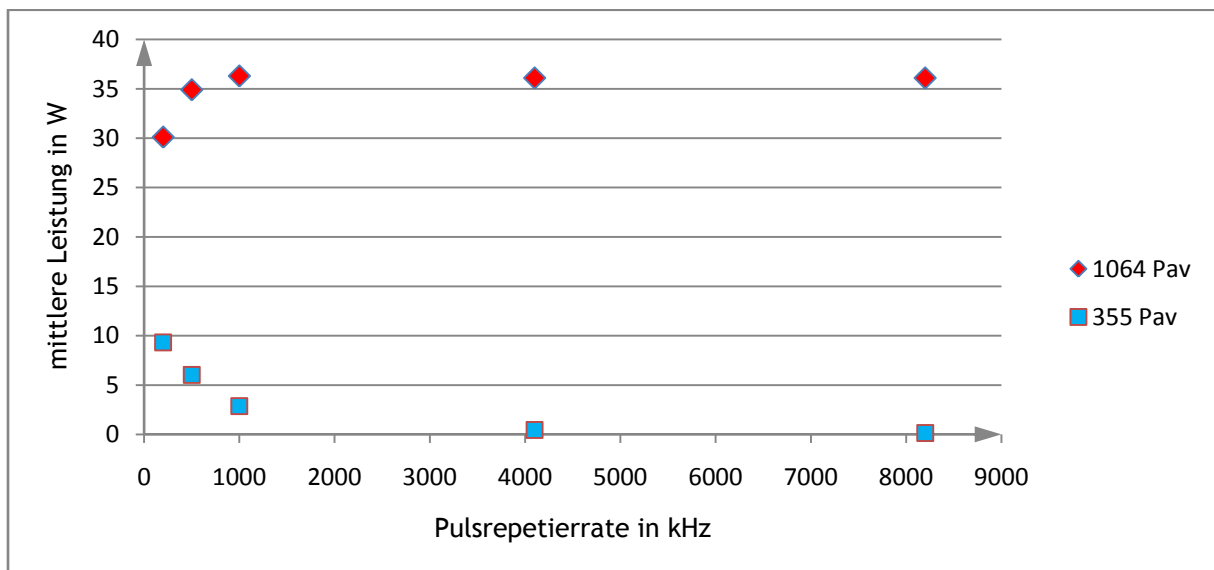


Diagramm 1 Mittlere Leistung in Abhängigkeit der Pulsrepetierrate

Die mittlere Leistung nimmt bei der Grundwellenlänge bis etwa 1000 kHz zu und nähert sich dann asymptotisch einem Grenzwert an. Bei 355 nm hingegen sinken die Leistungswerte mit zunehmender Frequenz und gehen ab ca. 4000 kHz gegen Null.

Werden mehr Pulse pro Zeit emittiert, erhöht sich damit die gemessene mittlere Leistung. Eine Erhöhung der Frequenz führt jedoch dazu, dass im Resonator weniger Zeit zum Aufbau der Besetzungsinversion ist. Dadurch kann keine Pulsüberhöhung entstehen und die emittierten Pulse haben geringere Energien. Bei der Grundwellenlänge führt dies dazu, dass ab einer bestimmten Pulswiederholfrequenz keine Steigerung der mittleren Leistung mehr erreicht wird, weil pro Zeit zwar mehr Pulse, aber mit immer geringeren Pulsenergien am Messgerät detektiert werden.

Für die Frequenzkonversion hingegen sind diese niederenergetischen Pulse nicht ausreichend, da dieser nichtlineare Effekt erst bei hohen Leistungsflussdichten an Bedeutung gewinnt. Aus diesem Grund nähert sich die mittlere Leistung mit zunehmender Pulsfrequenz Null an. Der Zusammenhang zwischen Pulsenergie und Repetitionsrate ist in Diagramm 2 graphisch dargestellt.

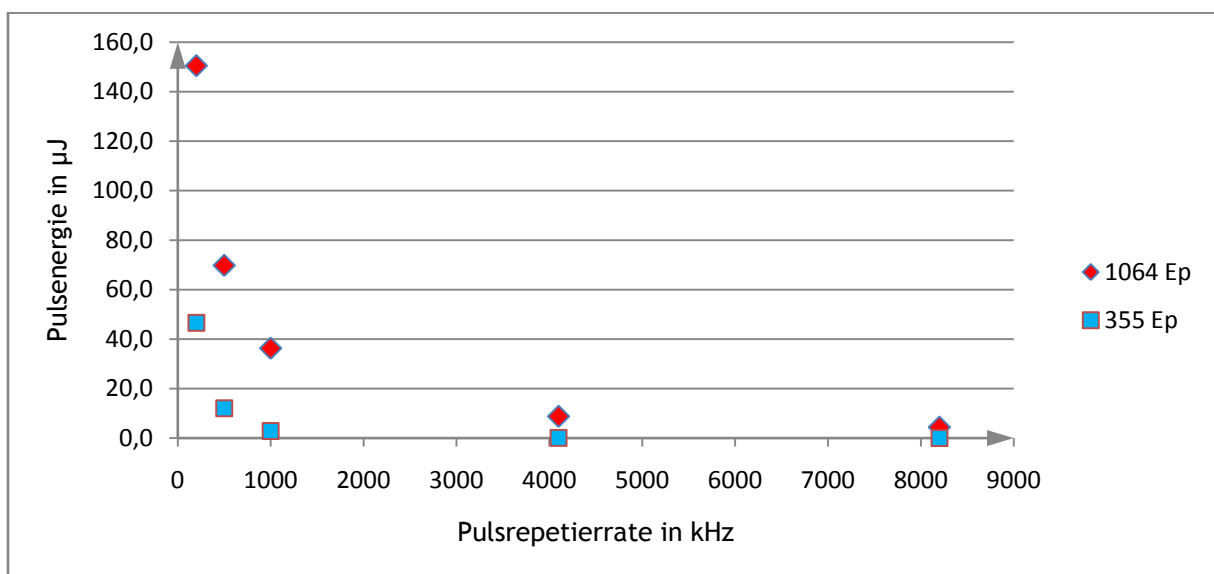


Diagramm 2 Pulsenergie in Abhängigkeit der Pulsrepetitierrate

Wie oben beschrieben sinkt mit zunehmender Pulsfrequenz bei beiden Wellenlängen die Pulsenergie. Je kürzer die Abstände, in denen ein Puls aus dem Resonator ausgekoppelt wird, desto stärker verflachen die Pulsenergiekurven.

Strahlvermessung

Eine Strahldiagnose ist erforderlich, um Ergebnisse bewerten und verschiedene Strahlquellen vergleichen zu können. Die Strahlkaustik eines Laserstrahls wird wellenoptisch durch das Strahlparameterprodukt SPP beschrieben. Bei Kenntnis des SPP kann der Strahl in jeder Ebene der Kaustik bestimmt werden.

$$SPP = \omega_0 \cdot \theta$$

Formel 7 Strahlparameterprodukt

Es ergibt sich aus dem Taillenradius ω_0 und dem Fernfelddivergenzwinkel Θ . Das SPP ist eine Erhaltungsgröße, das heißt es bleibt auch beim Durchgang von passiven optischen Elementen konstant.³⁹

Nur mit Kenntnis der Fokusbrennweite in Abhängigkeit verschiedener spezifischer Laserparameter, wie Laserleistung, Pulsrepetitionsrate, Brennweite der Optik und verwendeter Wellenlänge ist es möglich, anlagenunabhängige, vergleichbare Größen wie Intensität I und Fluenz H zu berechnen.

$$I = \frac{P_{max}}{A}$$

Formel 8 Intensität in der Bearbeitungsebene bei gepulsten Laserquellen

$$H = \frac{E_p}{A}$$

Formel 9 Fluenz

Die Fläche A ist dabei der Strahlfleck in der Fokusebene der Strahlkaustik. Wird defokussiert bearbeitet, muss die Berechnung angepasst werden. Der Fokusbrennweite kann mit der 86,5 % - Methode oder der 2.Moment - Methode bestimmt werden. Für die erste Variante werden solange Ringblenden mit immer kleiner werdender Blendenöffnung in den Strahlengang eingesetzt, bis die gemessene Leistung 86,5 % des Wertes ohne Blenden entspricht. Die Öffnung der Ringblende, bei der dies eintritt, entspricht dem Fokusbrennweite. Diese recht einfache Methode ist nur für nahezu rotationssymmetrische Strahlprofile anwendbar und liefert keine Hinweise zur Intensitätsverteilung.

Eine exakte Bestimmung des Fokusbrennweites ist nur mit der 2. Moment - Methode möglich. Dabei wird der Strahlschwerpunkt und somit die Leistungsdichteverteilung berücksichtigt, wodurch diese Variante für beliebige Strahlprofile anwendbar ist. Aus diesem Grund wurde diese Methode für die Strahldiagnose gewählt. Eine Charakterisierung des Laserstrahls in der Fokusebene ist trotz hoher Intensitäten möglich. Dazu wird der Strahl über Prismen, Absorber und Filter verschiedener optischer Dichten abgeschwächt und auf einem CCD- bzw. CMOS-Chip abgebildet.

Mit dem zur Verfügung stehenden Messgerät war eine Strahldiagnose nur für die Grundwellenlänge von 1064 nm möglich. Auf Grund der räumlichen Begrenzung der Laseranlage war die Strahldiagnose zudem nur für die Optik mit 80 mm Brennweite realisierbar. Abbildung 10 zeigt die ermittelte Strahlkaustik. Die Messung wurde bei 200 kHz und der maximalen Leistung von 30,1 W durchgeführt.

³⁹ LÖSCHNER, Udo: Strahldiagnose, Hochschule Mittweida

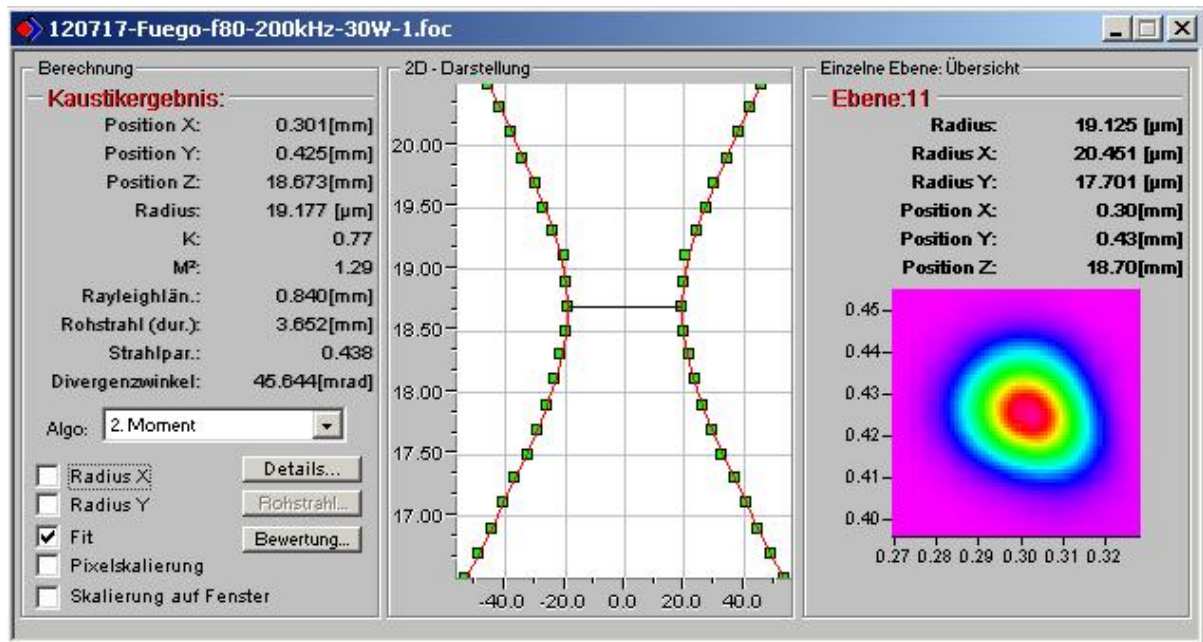


Abbildung 10 Gemessene Strahlkaustik bei 1064 nm, 200 kHz, 30,1 W und 80 mm Brennweite

Die Strahldiagnose ergab einen Fokusradius von 19,2 µm und somit einen Durchmesser von ca. 40 µm. Da nach Formel 3 eine lineare Abhängigkeit des Fokusradius von der Brennweite der Optik besteht, kann die Abmessung des Strahls für die längeren Brennweiten abgeschätzt werden. Die 255 mm - Optik besitzt eine ca. dreimal längere Brennweite als die gemessene 80 mm - Optik. Somit kann etwa der dreifache Fokusradius angenommen werden, was einen Wert von ca. 120 µm ergibt.

Für die Messung der kürzeren Wellenlängen standen die erforderlichen Optiken nicht zur Verfügung. Da die Linsen für die untersuchte Wellenlänge transparent sein müssen, ist es erforderlich dass insbesondere bei ultravioletter Strahlung spezielle Materialien verwendet werden. Mit kürzer werdender Wellenlänge ist die Palette transparenter Medien immer stärker beschränkt und die Linsen müssen beispielsweise aus Quarzglas gefertigt werden.

Die bei 1064 nm gemessene Strahlqualität M^2 ist mit 1,3 nah am Wert eines idealen Gaußstrahls.

Pulsdauermessung

Die Pulsdauer ist insbesondere für Berechnung der Intensität von Bedeutung. Dafür wird nicht die mittlere, sondern die maximale Laserleistung P_{\max} betrachtet. P_{\max} ergibt sich folgendermaßen:

$$P_{\max} = \frac{E}{\tau_H} = \frac{P_{AV}}{f_P \cdot \tau_H}$$

Formel 10 Pulsspitzenleistung

Im Bereich ultrakurzer Pulse, d. h. bei Pulsdauern im Bereich von zehn Pikosekunden und kürzer, ist eine Messung nur noch optisch und nicht mehr elektronisch möglich. Das Ereignis, das zur zeitlich aufgelösten Messung genutzt wird, muss kürzer sein, als das zu messende Ereignis. Bei Photodioden ist die Rekombinationszeit der Elektronen-Loch-Paare typischerweise im Nanosekundenbereich und der Laserpuls dadurch nicht zeitlich auflösbar.⁴⁰ Aus diesem Grund müssen andere Methoden genutzt werden.

Bei der Autokorrelation wird die Laserstrahlung mit Hilfe eines Michelson-Interferometers mit sich selbst überlagert und anschließend durch einen frequenzverdoppelnden Kristall (z. B. KDP, LiNbO₃) geführt. Dessen Konversionseffizienz ist von der Intensität der Laserstrahlung abhängig. Je nach Phasenlage der überlagerten Teilstrahlen zwischen konstruktiver und destruktiver Interferenz variiert die gemessene Intensität zwischen Null und einem Maximalwert. Durch Messen des zeitlichen Versatzes der Teilstrahlen kann die Pulsdauer ermittelt werden. Für den verwendeten Laser ergab sich eine Pulsdauer τ_H von 10,5 Pikosekunden.

Zusammenfassung zur Laserstrahlcharakterisierung

Die Erfassung der anlagenspezifischen Kenngrößen ermöglicht die Charakterisierung der Laserquelle und damit die Vergleichbarkeit und Reproduzierbarkeit der Ergebnisse. Das Ermitteln der Strahleigenschaften ist auch für die Prozessoptimierung erforderlich. Durch Kenntnis des Fokusbereichs können Intensität, Fluenz und Pulsüberlapp bestimmt und deren Einfluss auf das Bearbeitungsergebnis untersucht werden.

⁴⁰ URL: < <http://de.wikipedia.org/wiki/Pulslaser#Messung> > Stand: 12.07.2012

5 Analyse und Quantifizierung der Ergebnisse

Im Vorfeld der Untersuchungen war es notwendig, geeignete Methoden zur Bewertung und Analyse festzulegen. Das dient in erster Linie der Feststellung, ob die gefertigten Matrizen den Anforderungen genügen. Neben einer qualitativen Einschätzung, z. B. mit Hilfe eines Lichtmikroskops, sind dafür quantifizierende Messungen und eine Funktionalitätsprüfung erforderlich.

Das Hauptkriterium der Untersuchungen ist das Fertigen funktionierender Abformmatrizen. Dafür müssen die fluidischen Bauteile die geometrischen Anforderungen, wie Strukturbreiten und Abtragstiefe erfüllen. Das Prüfen der Funktionalität der Matrizen wird durch einen Abformtest und anschließendes Bonden realisiert. Um den Einfluss der Oberflächenbeschaffenheit abschätzen zu können, sind Messungen der Rauigkeit notwendig.

Analyse und Quantifizierung sind nicht nur für systematische Untersuchungen und die erfolgreiche Umsetzung der Aufgabenstellung erforderlich, sondern gewährleisten zudem die Reproduzierbarkeit und Vergleichbarkeit der Ergebnisse.

5.1 Funktionalitätsprüfung durch Abformtests

Ein häufig verwendetes Polymer zum Abformen von der Masterform ist das Silikon PDMS, das auch für diese Untersuchungen gewählt wurde. Das transparente, inerte Material härtet schnell aus und unterliegt dabei nur einer geringen Schrumpfung.⁴¹ Dadurch wird vermieden, dass während des Vernetzungsprozesses starke mechanische Spannungen in die Abformmatrize induziert werden, die zum Versagen der Form führen können.

Für den Abformtest wird das strukturierte Substrat in eine Kalotte eingeklebt und mit einer Anschlussplatte, auch Channel-Plate genannt, abgedeckt. Anschließend erfolgt das Einspritzen des flüssigen PDMS. Während einer Inkubationszeit von einigen Stunden bei etwa 80°C vernetzt das Polymer und härtet aus. Der feste PDMS-Chip wird anschließend von der Matrize abgelöst.

Der Test ist erfolgreich, wenn sich das PDMS von der Form ablösen lässt, ohne dass die Matrize dabei zerstört wird. Die mikrofluidischen Strukturen müssen zudem exakt in das Polymer übertragen werden.

⁴¹ ROTH, Jan: Dissertation, Technische Universität Dresden, 2009, Seite 7

5.2 Funktionalitätsprüfung durch Bonden

Auf den fertigen mikrofluidischen Polymer-Chips werden Glassubstrate befestigt, um die Kanalstrukturen abzudecken. Eine geeignete Variante des Fügens ist das Bonden. Der Begriff stammt aus der Mikrosystemtechnik und bezeichnet eine Vielzahl von Verbindungsmethoden. Im Bereich der LOC-Anwendungen kommt meist das direkte Bonden zum Einsatz.

Dabei werden die Oberflächen der Fügepartner gereinigt, mit Hilfe eines Plasmas aktiviert und anschließend kontaktiert. Dafür sind möglichst glatte Oberflächen erforderlich, um Spalte zwischen Glas und PDMS zu vermeiden. Das Verbinden kann unter Wärmezufuhr und Druck im Vakuum erfolgen.⁴²

Der fertige PDMS-Chip wird auf diese Weise irreversibel auf das Substrat gebondet. Die Plasmabehandlung bewirkt zusätzlich eine Hydrophilierung der Oberflächen und damit eine verbesserte Benetzbarkeit der mikrofluidischen Kanäle.⁴³ Die Plasmaaktivierung ist erforderlich, weil PDMS wie die meisten Silikone nur über eine geringe freie Oberflächenenergie verfügt.

Abbildung 11 veranschaulicht das LOC-System aus Glassubstrat, Polymer-Chip und Channel-Plate.

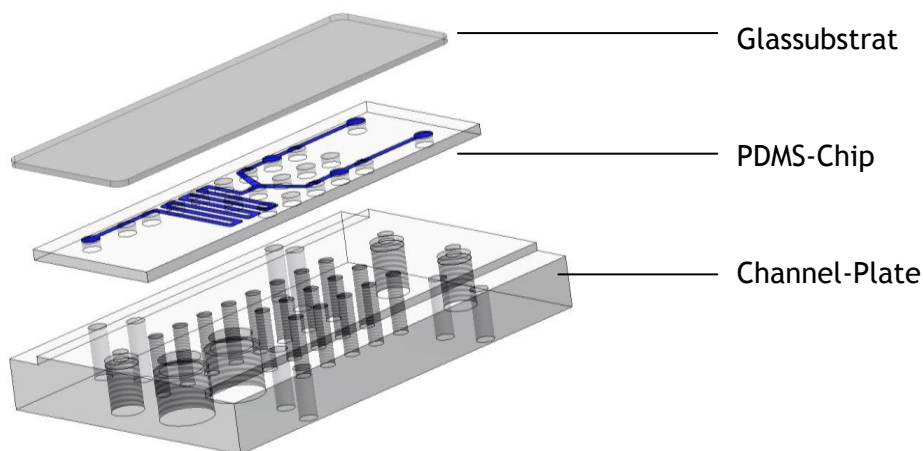


Abbildung 11 Explosionsansicht eines LOCs

Für ein funktionierendes mikrofluidisches System ist die Bondbarkeit der Polymer-Chips und damit eine homogene, glatte Oberfläche notwendig. Niedrige Rauigkeiten sind außerdem erforderlich, um Mikrospalte zwischen PDMS und Glassubstrat zu vermeiden, die zu unerwünschten Kapillareffekten führen können.

⁴² KALKOWSKI, G.: "Silikatisches und direktes Bonden", Fraunhofer IOF, 2011

⁴³ URL: < <http://www.plasma.de/de/lexikon/lexikon-eintrag-1670.html>>, Stand: 10.07.2012

5.3 Ermittlung objektivierender Messwerte

Wie bereits beschrieben, ist neben den Funktionalitätstests die Ermittlung objektivierender Messwerte erforderlich. Dies dient der Erfüllung der geometrischen Anforderungen der Anwendung und der Vergleichbarkeit und Reproduzierbarkeit der Ergebnisse.

5.3.1 Profilometrie

Die Wahl der geeigneten Analysetechnik erfordert eine Definition der entscheidenden Messgrößen. Für die Fertigung des Masters ist die Erfüllung geometrischer Kriterien notwendig. Die Kenntnis der Ablationstiefe und der Strukturbreiten ist erforderlich, um geeignete Parameterkombinationen zu ermitteln.

Die Rauigkeit der Oberfläche des strukturierten Substrates wird beim Abformen auf den PDMS-Chip übertragen. Unregelmäßigkeiten verursachen beim Bonden Mikrospalte in denen die Testreagenzien durch unerwünschte Kapillarität geleitet werden. Eine Analyse der Oberflächenbeschaffenheit ist somit notwendig, um die Rauigkeitswerte zu optimieren.

Beide Messungen wurden mit Hilfe eines Profilometers durchgeführt. Eine Nadel wird entlang einer Richtung über die Probe gezogen und die mechanischen Auslenkungen, die dabei durch Unregelmäßigkeiten der Oberfläche entstehen, werden von einem kapazitiven Sensor in einen Messwert umgewandelt. Es können verschiedene DIN-konforme Tastlängen gewählt werden, die in je sieben Segmente unterteilt werden. Nur die mittleren fünf Segmente gehen in die Auswertung ein und werden als Messlänge bezeichnet. Auf diese Weise wird vermieden, dass Messfehler z. B. durch eine Hysterese des Antriebs in die Rauigkeitsberechnung einfließen.

Um den Einfluss der Messlänge auf das Ergebnis abschätzen zu können, wurde die Rauigkeit eines strukturierten Substrats über zwei verschiedene Distanzen gemessen. Die Messwerte sind in Tabelle 3 aufgeführt.

Vergleich der Messlängen				
Tastlänge	1,75 mm		5,6 mm	
Messlänge	1,25 mm		4,0 mm	
Messung	Ra	Rz	Ra	Rz
Nr.	µm	µm	µm	µm
1	2,5	12,4	3	18,1
2	2,8	14,6	2,9	17,7
3	2,2	11,5	3,1	17,1
Mittelwert	<u>2,5</u>	<u>12,8</u>	<u>3,0</u>	<u>17,6</u>

Tabelle 3 Vergleich der Messlängen

Bei der längeren Messstrecke sind die ermittelten Rauigkeiten geringfügig höher. Da die Dimensionen der Testfelder für die 5,6 mm lange Messung nicht ausreichend waren, wurden sämtliche Testfeldmatrizen mit der kürzeren Messstrecke gemessen.

5.3.2 Mikroskopie

Lichtmikroskope

Die qualitative Bewertung der strukturierten Testfelder erfolgte mit Hilfe eines Lichtmikroskops. Ein weiteres digitales, optisches Mikroskop mit 2000-facher Vergrößerung und zusätzlicher z-Achse wurde für räumliche Ansichten genutzt. Die z-Achse wird in diskreten Schritten verfahren und erstellt in den jeweiligen Ebenen scharfe Abbildungen, die anschließend zu einer dreidimensionalen Grafik verrechnet werden. Diese Grafik entspricht nicht zu 100 % der realen Oberfläche, Abschattungen verursachen beispielsweise fehlerhafte Profile. Für eine schnelle Einschätzung der strukturierten Oberflächen ist diese Variante dennoch gut geeignet.

Rasterlektronenmikroskop

Neben den Lichtmikroskopen wurde ein Rasterelektronenmikroskop (REM) zur Analyse verwendet. Dabei wird ein hochenergetischer Elektronenstrahl über die Oberfläche einer Probe gerastert. Durch die Wechselwirkung der Elektronen mit den Probenatomen entstehen Sekundärelektronen und rückgestreute Elektronen, die zur Auswertung genutzt werden. Bei elektrischen Isolatoren dienen nur die rückgestreuten Elektronen zur Analyse. Am REM können bis 100.000-fache Vergrößerungen realisiert werden.

6 Planung und Durchführung der Untersuchungen

Aus der Zielstellung ergab sich eine Vorgehensweise für den experimentellen Teil der Arbeit. In grundlegenden Untersuchungen zum Abtrag sollte zu Beginn der Einfluss verschiedener Laserparameter auf die Ablationstiefe ermittelt werden. Mit Parameterkombinationen, die die geometrischen Anforderungen erfüllen, wurden weiterführende Versuche zur Verbesserung der Oberflächengüte durchgeführt. Zur Quantifizierung der Rauigkeit wurde ein Profilometer eingesetzt. Die Funktionalität der mit ausgewählten Parameterkombinationen hergestellten Matrizen wurde durch einen Abformtest und ein anschließendes Bonden des erzeugten Bauteils überprüft.

6.1 Grundlegende Untersuchungen zum Abtrag

Auswahl der Wellenlängen

In den grundlegenden Untersuchungen sollte der Einfluss der verschiedenen Laserparameter auf den Strukturierungsprozess ermittelt werden. Wie in Kapitel 4.2.1 beschrieben, standen verschiedene Wellenlängen zur Bearbeitung zur Verfügung, die sich auf Grund der Multiphotonenabsorption alle zur Strukturierung des Materials eignen. Für den ersten Teil der Experimente wurde die fundamentale Wellenlänge mit 1064 nm gewählt. Durch den Effekt der Multiphotonenabsorption war trotz der in diesem Spektralbereich geringen linearen Absorption eine effektive Bearbeitung zu erwarten. Bei dieser Wellenlänge standen die höchste mittlere Leistung P_{AV} und die maximale Pulsenergie E_P zur Verfügung.

Im zweiten Teil der einführenden Untersuchungen wurde die dritte Harmonische mit einer Wellenlänge von 355 nm genutzt. Mittlere Leistung und Pulsenergie sind durch den mit der Frequenzkonversion einhergehenden Leistungsverlust deutlich geringer als bei der Grundwellenlänge. Die hohe lineare Absorption keramischer Werkstoffe im ultravioletten Spektrum hat eine geringe Eindringtiefe d der Strahlung in das Material zur Folge. Die Eindringtiefe ist laut Definition dort, wo die Intensität der Strahlung auf $1/e$ abgefallen ist. Die lineare Absorption wird mit dem Gesetz von Lambert-Beer beschrieben:

$$I = I_0 \cdot e^{-\alpha \cdot d}$$

Formel 11 Absorptionsgesetz nach Lambert-Beer

Daraus ergibt sich für die Eindringtiefe:

$$d = \frac{1}{\alpha}$$

α - Absorptionskoeffizient

Formel 12 Optische Eindringtiefe

Je höher der Absorptionskoeffizient des Materials, um so geringer ist die Eindringtiefe der Strahlung. Bezogen auf diese Untersuchungen ergab sich daraus die Schlussfolgerung, dass mit der Laserwellenlänge 355 nm ein definierter Abtrag geringer Materialvolumina und damit hochpräzises Strukturieren möglich ist.

Auswahl der Brennweiten

Die Brennweite f der Optik hat nach Formel 3 direkten Einfluss auf den Fokusbereich und damit auf Intensität, Fluenz und Pulsüberlapp. Kleine Fokusbereiche haben eine höhere Intensität und damit höhere Abtragsraten zur Folge. Bei gleichem Pulsüberlapp muss die Scangeschwindigkeit gegenüber größeren Strahlflecken verringert werden.

Für diese Untersuchungen war der Einfluss des Fokusbereichs auf die Oberflächenrauigkeit von Bedeutung. Mit kleinem Fokus werden halbkugelförmige Volumina abgetragen. Größere Brennflecke eignen sich besser für einen gleichmäßigen Abtrag, so dass homogenere Flächen entstehen. Aus diesem Grund wurden Optiken mit Brennweiten von 255 mm für den infraroten Bereich und 250 mm für die ultraviolette Wellenlänge gewählt.

Planung der Versuche

Um die Einflüsse und Tendenzen der Vielzahl verschiedener Bearbeitungsparameter übersichtlich und effektiv abschätzen zu können, waren systematische Experimente erforderlich. Die einzelnen Parameter können sich auch untereinander beeinflussen, so dass es günstig war, mehrere Größen gleichzeitig zu variieren. Auf flächigen Proben ist das in zwei Dimensionen möglich. Aus diesem Grund wurde ein Programm zur Steuerung der Maschine erstellt, mit dem jeweils zwei Größen in einer 5 x 5 Matrix aus einzelnen Testfeldern variiert werden können. Das ermöglicht eine übersichtliche Auswertung der erzeugten Testfelder.

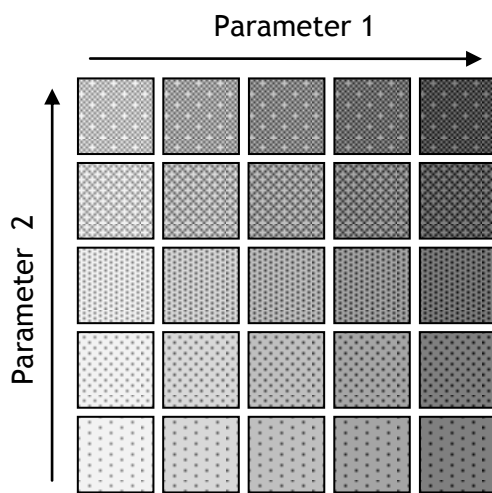


Abbildung 12 5 x 5 - Matrix

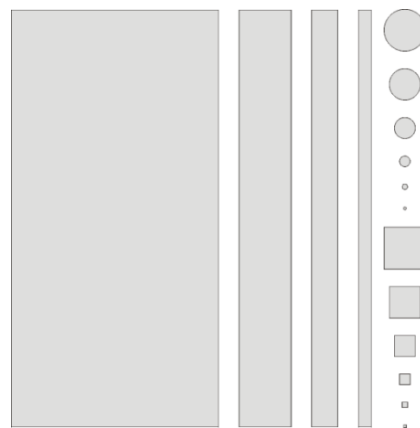


Abbildung 13 Testfeld-Struktur

In Abbildung 12 ist das veranschaulicht. Mit dieser Methode können z. B. der Scanlinienabstand und die Laserleistung gleichzeitig variiert werden, während alle anderen Parameter konstant gehalten werden.

Für die gewählten Mikrofluidik-Designs war sowohl flächiger Abtrag als auch das Strukturieren von Kanälen erforderlich. Aus diesem Grund wurden die einzelnen Testfelder so angepasst, dass eine Fläche, Kanäle unterschiedlicher Breite und einfache geometrische Figuren in verschiedenen Größen strukturiert werden. Die entworfene Testfeld-Struktur ist in Abbildung 13 dargestellt. Die größte Fläche beträgt $2 \times 4 \text{ mm}^2$, die Kanäle sind 500, 250 und $150 \text{ }\mu\text{m}$ breit und der Durchmesser der Kreise und Quadrate halbiert sich jeweils von $400 \text{ }\mu\text{m}$ bis zu $25 \text{ }\mu\text{m}$. Mit diesen Testfeldern ist der Einfluss der variierten Parameter gleichzeitig für verschiedene Strukturgrößen abschätzbar. Diese Methode ermöglicht zudem das Abschätzen des Einflusses der Geometrie auf sonst nur mit hohem Aufwand ermittelbare Kenngrößen, z. B. die Änderung des Absorptionsverhaltens durch Wärmeakkumulation.

Eingrenzung der Bearbeitungsparameter für 1064 nm

Für die Experimente wurden LTCC-Substrate mit 1 mm Dicke verwendet. Zu Beginn der Untersuchungen sollte ermittelt werden, welche Parametereinstellungen zum Erreichen der erforderlichen Abtragstiefe von 80 bis 200 μm notwendig sind. Der Materialabtrag wird maßgeblich durch den Pulsüberlapp und die Zahl der Überfahrten bestimmt. Bei gleichbleibendem Fokusbereich ω_0 hat somit die Leistung einen entscheidenden Einfluss auf die Abtragsrate. Eine Erhöhung der Anzahl an Überfahrten erhöht ebenfalls die Ablation. Aus diesem Grund wurden in den ersten drei Testfeldmatrizen für je eine Geschwindigkeit die Laserleistung und die Anzahl der Überfahrten variiert. Um die Ausbildung einer Vorzugsrichtung zu vermeiden, wurde die Scanrichtung für jede Überfahrt zufällig gewählt. Für die Einschätzung der erzeugten Testfelder wurden ein einfaches und ein digitales Lichtmikroskop genutzt.

Parameter		Testfeldmatrix 1	Testfeldmatrix 2	Testfeldmatrix 3
Wellenlänge	nm	1064	1064	1064
Frequenz	kHz	200	200	200
Brennweite	mm	255	255	255
Scanlinienabstand	μm	50	50	50
Scangeschwindigkeit	mm/s	500	750	1000
Laserleistung	W	18,4 21,3 24,2 27,3 30,1	18,4 21,3 24,2 27,3 30,1	18,4 21,3 24,2 27,3 30,1
Überfahrten	Stück	2 6 10 14 18	2 6 10 14 18	2 6 10 14 18

Tabelle 4 Parameterübersicht für Leistungs- und Überfahrtsvariation

Für die ersten Experimente wurde eine Pulsrepetierrate von 200 kHz gewählt, da bei dieser Frequenz die höchste Pulsenergie und mittlere Leistung verfügbar sind.

Die Anzahl der Überfahrten wurden schrittweise gleichmäßig erhöht. Die Leistung wird in der Anlage über einen winkelveränderlichen Dünnpolarisator geregelt. Die in Tabelle 4 angegebenen Werte entsprechen prozentualen Leistungswerten von 60 bis 100 %. Zuvor wurde in Testfeldern ermittelt, dass Leistungen kleiner 50 % bei Scangeschwindigkeiten zwischen 500 und 1000 mm/s nicht für eine effektive Strukturierung geeignet sind.

Mit den untersuchten Parametern konnte ein signifikanter Abtrag realisiert werden, der erwartungsgemäß mit steigender Anzahl an Überfahrten und steigender Laserleistung zunimmt. Die Ablationstiefen wurden mit Hilfe eines Profilometers ermittelt und sind in Tabelle 5 dargestellt.

Testfeldmatrix 1 - 500 mm/s						
Ablationstiefe in μm		Leistung				
		60%	70%	80%	90%	100%
		18,4 W	21,3 W	24,2 W	27,3 W	30,1 W
Überfahrten	18	80	220	350	500	640
	14	70	180	319	430	590
	10	70	160	260	330	430
	6	45	130	200	250	330
	2	40	70	110	200	185
Testfeldmatrix 2 - 750 mm/s						
Ablationstiefe in μm		Leistung				
		60%	70%	80%	90%	100%
		18,4 W	21,3 W	24,2 W	27,3 W	30,1 W
Überfahrten	18	80	120	200	290	380
	14	60	110	170	260	310
	10	40	80	150	220	270
	6	20	70	110	140	165
	2	10	50	60	70	110
Testfeldmatrix 3 - 1000 mm/s						
Ablationstiefe in μm		Leistung				
		60%	70%	80%	90%	100%
		18,4 W	21,3 W	24,2 W	27,3 W	30,1 W
Überfahrten	18	32	80	150	225	290
	14	25	75	134	160	230
	10	18	55	90	110	180
	6	7	60	75	80	95
	2	5	20	40	60	85

Tabelle 5 Ablationstiefe in Abhängigkeit von Leistung und Überfahrten

Die Tiefe des Abtrags nimmt bei allen drei Geschwindigkeiten nahezu linear mit der steigenden Anzahl an Überfahrten zu.

Bei einer Scangeschwindigkeit von 500 mm/s sind bei nur wenigen Überfahrten bzw. geringer Leistung die geforderten Kanaltiefen zwischen 80 und 200 μm erreichbar. Testfelder mit weniger als zehn Überfahrten wiesen interferenzartige Muster auf. Bei ausreichend vielen Überfahrten bewirkt die Änderung der Scanrichtung eine Homogenisierung der Oberfläche. Die Umsetzung der geometrischen Anforderungen ist demnach bei 500 mm/s nur mit geringen Leistungen möglich. Aus Gründen der Prozesseffizienz wird angestrebt, den vollen Leistungsumfang der Laseranlage zu nutzen. Für die weiterführenden Versuche kommen daher höhere Scangeschwindigkeiten in Frage.

Die Abtragstiefen bei Bearbeitung mit 750 mm/s bzw. 1000 mm/s sind wesentlich geringer. Der Vergleich der drei verschiedenen Scangeschwindigkeiten verdeutlicht den Einfluss der Streckenenergie Q_s . Dabei handelt es sich um die auf einer definierten Wegstrecke ins Material eingebrachte Energie.

Die Streckenenergie ergibt sich wie folgt:

$$Q_s = \frac{P}{v}$$

Formel 13 Streckenenergie

Bei gleicher Leistung und gleicher Anzahl an Überfahrten wird somit bei 500 mm/s doppelt soviel Energie pro Strecke eingekoppelt, wie bei 1000 mm/s. Das lässt einen doppelt so tiefen Abtrag erwarten. Der Vergleich der Ablationstiefen dieser beiden Geschwindigkeiten bei maximaler Leistung und 18 Überfahrten bestätigt diese Annahme. Bei 500 mm/s wurde ein Abtrag von 640 µm gemessen, bei 1000 mm/s eine Tiefe von 290 µm.

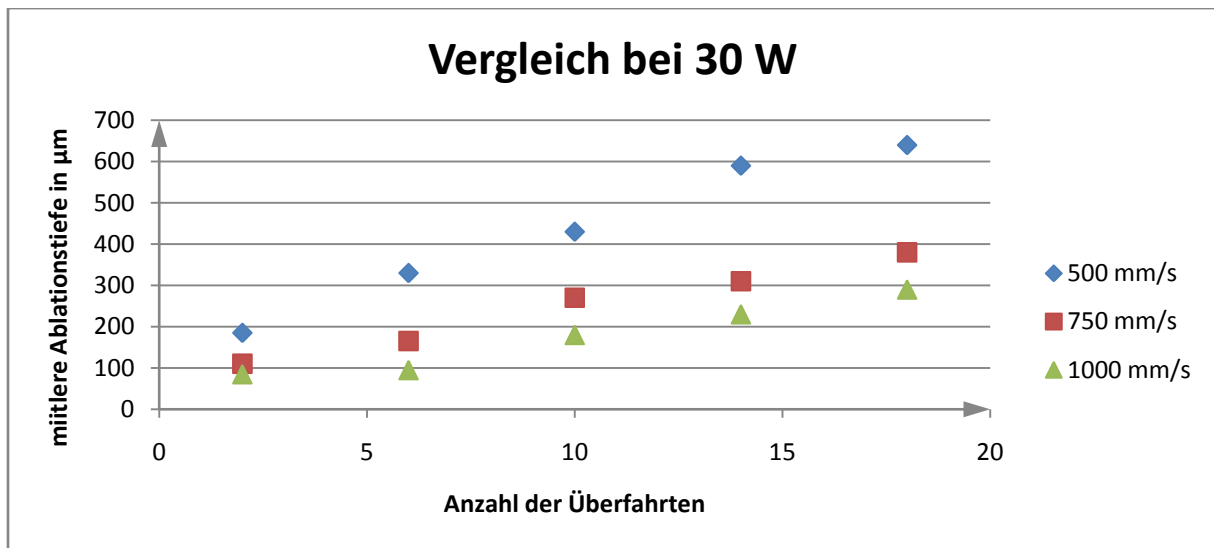


Diagramm 3 Vergleich des Abtrags bei 100 % Leistung und verschiedenen Geschwindigkeiten

Der Einfluss der Streckenenergie wird in Diagramm 3 verdeutlicht. Die Ablationstiefen der verschiedenen Scangeschwindigkeiten sind in Abhängigkeit von der Anzahl an Überfahrten dargestellt. Die Abtragstiefen der mit 750 mm/s bearbeiteten Testfelder sind nicht mittig zwischen denen mit 500 und 1000 mm/s Scangeschwindigkeit. Das zeigt, dass die Streckenenergie nur einer von verschiedenen Einflussfaktoren auf den Ablationsprozess ist. So wird bei der niedrigen Scangeschwindigkeit mehr Energie pro Fläche ins Material eingebracht. Die Wärmeleitung des Materials ist jedoch konstant, so dass ein langsames Scannen der Oberfläche einen Wärmestau im Substrat verursachen kann. Mit steigender Temperatur wird zudem die Laserstrahlung besser absorbiert. Diese Effekte bewirken möglicherweise einen stärkeren Abtrag bei der Bearbeitung mit 500 mm/s.

Der Einfluss der Laserleistung auf die Ablation wird in Diagramm 4 veranschaulicht. Die Abhängigkeiten bei 750 mm/s und 1000 mm/s verhalten sich analog.

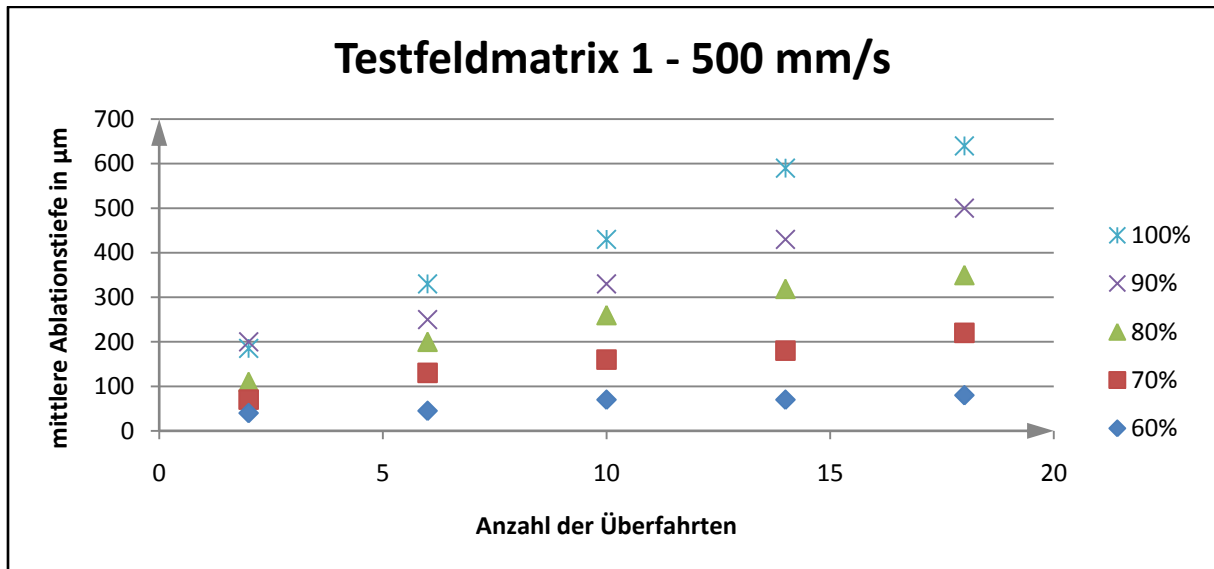


Diagramm 4 Ablationstiefe in Abhängigkeit von Leistung und Überfahrten für 500 mm/s

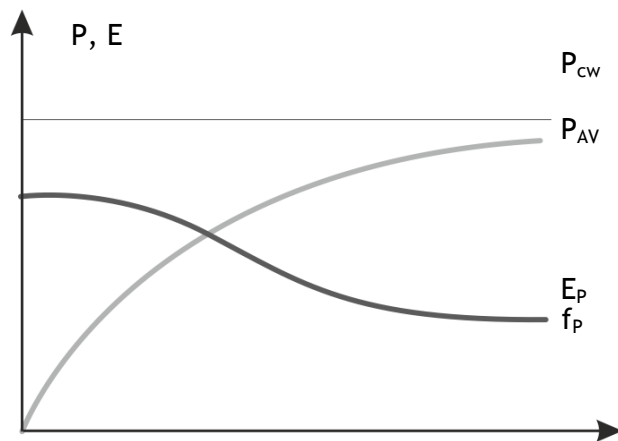
Mit den gleichen Parametersätzen und einem verdoppelten Scanlinienabstand von 100 µm wurden die nächsten drei Matrizen strukturiert. Der erhöhte Spurbabstand hatte eine unregelmäßige Oberfläche mit deutlich erkennbarer Scanrichtung und starke Debris zur Folge.

Im nächsten Schritt wurde der Einfluss der Repetitionsrate f_p auf das Bearbeitungsergebnis untersucht. Die mittlere Leistung P_{AV} und die Pulsenergie E_p sind von der Frequenz abhängig. Je mehr Pulse pro Zeit emittiert werden, umso mehr nähert sich die mittlere Leistung dem Wert eines kontinuierlich betriebenen Laserstrahls an.

$$P_{AV} = E_p \cdot f_p$$

Formel 14 Mittlere Leistung

Bei hohen Repetitionsraten von ultrakurzen Pulsen wird bei nahezu gleicher Wärmeableitung mehr Energie pro Zeit ins Material eingekoppelt. Das Substrat wird dadurch stärker erwärmt, was sich günstig auf das Absorptionsverhalten auswirkt. Höhere Frequenzen lassen demnach höhere Abtragsraten erwarten.



Dem entgegen steht die sinkende Energie der Pulse mit steigender Repetitionsrate. Das ist damit zu erklären, dass bei höheren Frequenzen weniger Zeit zwischen dem Auskoppeln der Pulse aus dem Resonator vergeht. Damit kann bis zum Zeitpunkt der induzierten Emission die Besetzungsinversion auch nur zu einem gewissen Grad aufgebaut werden.

Abbildung 14 Einfluss der Pulsrepetitierrate ⁴⁴

Für die Untersuchungen wurde die Pulsrepetitierrate zwischen 300 kHz und der maximalen Frequenz der Anlage von 8,2 MHz variiert. Die Parameter sind in Tabelle 6 in einer Übersicht zusammengefasst. Um die niedrigeren Energien durch mehr Pulse pro Fläche zu kompensieren, wurden für diese Testfeldmatrizen geringe Scangeschwindigkeiten gewählt.

Parameter		Testfeldmatrix 7	Testfeldmatrix 8	Testfeldmatrix 9
Wellenlänge	nm	1064	1064	1064
Frequenz	kHz	300 500 1000 4100 8200	300 500 1000 4100 8200	300
Brennweite	mm	255	255	255
Scanlinienabstand	µm	50	50	50
Scangeschwindigkeit	mm/s	500	750	500
Laserleistung	W	18,4 21,3 24,2 27,3 30,1	18,4 21,3 24,2 27,3 30,1	18,4 21,3 24,2 27,3 30,1
Überfahrten	Stück	10	10	2 6 10 14 18

Tabelle 6 Parameterübersicht für Frequenz- und Leistungsvariation

Ein signifikanter Abtrag konnte mit 300 kHz erreicht werden. Die Bearbeitung mit 500 kHz führte zu einer geringen Ablation, bei den höheren Frequenzen konnte keine Strukturierung realisiert werden. Mögliche Ursache dafür ist die oben beschriebene Abnahme der Pulsenergie mit steigender Repetitionsrate. Sinkt die Fluenz H dadurch unter die spezifische Bearbeitungsschwelle des Werkstoffs, kann kein Material ablatiert werden. Ein weiterer Erklärungsansatz ist der kurze zeitliche Pulsabstand bei hohen Repetitierraten. Bei einer Frequenz von 500 kHz werden Pulse im Takt von zwei Mikrosekunden emittiert. Der nachfolgende Puls kann somit mit Plasma, Materialdampf oder Partikeln, die durch den ersten Puls erzeugt wurden, wechselwirken. Durch diesen Abschirmeffekt wird weniger Energie ins Substrat eingekoppelt und die Abtragsraten sinken.

⁴⁴ EXNER, H.: Begleitheft zur Vorlesung „Lasermaterialbearbeitung“, Hochschule Mittweida, 2009, S. 67

Da neben der bisher verwendeten Repeterrate von 200 kHz auch 300 kHz für einen effektiven Materialabtrag geeignet sind, wurde mit dieser Frequenz eine weitere Testfeldmatrix bearbeitet. Bei 500 mm/s wurden Leistung und Anzahl der Überfahrten erhöht. Die Oberflächen der strukturierten Felder waren bei der optischen Analyse unter dem Lichtmikroskop deutlich rauer als die zuvor mit 200 kHz erzeugten.

Aus der Überlegung heraus, dass größere Strahlfleckdurchmesser zu einem gleichmäßigeren Abtrag und somit einer homogenen Oberfläche führen, wurden Untersuchungen mit veränderter Fokusslage durchgeführt. Durch den damit verbundenen Intensitätsabfall konnte jedoch keine effektive Strukturierung durchgeführt werden.

Nach diesen ersten Untersuchungen konnten folgende Schlüsse gezogen werden:

- ab 50 % der maximalen Leistung kann im untersuchten Geschwindigkeitsintervall effektiv strukturiert werden,
- die Ablationstiefe steigt nahezu linear mit der Anzahl der Überfahrten,
- eine geringe Anzahl an Überfahrten führt zu einer rauerer Struktur,
- ab ca. 10 Überfahrten hat die zufällige Änderung der Scanrichtung einen homogenisierenden Effekt,
- die Oberflächenqualität verbessert sich mit zunehmenden Scangeschwindigkeiten,
- ein höherer Scanlinienabstand führt zu Ablagerungen und unregelmäßigen Strukturen,
- effektives Strukturieren ist im untersuchten Parameterbereich nur in der Fokusslage möglich,
- mit der Pulsrepeterrate größer 500 kHz ist kein Materialabtrag realisierbar,
- eine Frequenz von 200 kHz ermöglicht eine effektive Bearbeitung mit günstigen Oberflächen.

Eingrenzung der Bearbeitungsparameter für 355 nm

Die grundlegenden Untersuchungen mit der Wellenlänge von 355 nm und der zugehörigen Brennweite von 250 mm erfolgten analog zur Bearbeitung mit Infrarotstrahlung. Der mit der Frequenzkonversion einhergehende Leistungsverlust von ca. 70 % führt jedoch zu erheblich geringeren Abtragsraten. Um die erforderlichen Abtragstiefen zu erreichen, sind wesentlich mehr Überfahrten erforderlich. Der Zeitaufwand zur Strukturierung einer kompletten Matrize ist dadurch erheblich höher, als bei der Bearbeitung mit 1064 nm.

Zum direkten Vergleich wurde mit jeder Wellenlänge ein Testfeld der Maße 5 x 5 mm² mit den gleichen Parametern strukturiert (siehe Tabelle 7). Da Geschwindigkeit, Scanlinienabstand und Anzahl der Überfahrten gleich waren, ergab sich für beide Testfelder eine Bearbeitungsdauer von einer Minute.

Parameter		Testfeld IR	Testfeld UV
Wellenlänge	nm	1064	355
Frequenz	kHz	200	200
Brennweite	mm	255	250
Scanlinienabstand	µm	50	50
Scangeschwindigkeit	mm/s	750	750
Laserleistung	%	100	100
	W	30,1	9,32
Überfahrten	Stück	10	10

Tabelle 7 Vergleich der Strukturierung mit verschiedenen Wellenlängen

Die Ablationstiefen und Rauigkeiten wurden mit dem Profilometer gemessen und in Tabelle 8 zusammengefasst. Bei gleicher Bearbeitungsdauer konnte mit der infraroten Wellenlänge auf Grund der höheren Leistung ein Faktor 7,5-mal höherer Abtrag erreicht werden.

Messwerte		Testfeld IR	Testfeld UV
Dauer der Strukturierung	min	1	1
Abtragstiefe	µm	230	30
Rauigkeit R _a R _z	µm	3,4 13,7	2,9 15,5

Tabelle 8 Messwerte der Testfelder

Aus den jeweils drei Messungen der Rauigkeit der Oberfläche wurde der Mittelwert gebildet. Die Werte der beiden Testfelder unterscheiden sich nicht signifikant. Der Mittenrauwert R_a ist bei Bearbeitung mit der kürzeren Wellenlänge kleiner, die gemittelte Rauhtiefe R_z bei der infraroten.

Das Erhöhen des Scanlinienabstands führte trotz des größeren Fokusdurchmessers zu ähnlich starken Strukturen wie bei 1064 nm. Insbesondere in Kombination mit wenigen Überfahrten entstanden interferenzartige Muster durch Überlappung der verschiedenen Scanrichtungen.

Die Untersuchungen zum Einfluss der Pulsrepetierrate ergaben auch bei dieser Wellenlänge eine Bearbeitungsgrenze bei 500 kHz. Oberhalb dieser Frequenz konnte bei voller Leistung im untersuchten Geschwindigkeitsintervall von 500 bis 1000 mm/s kein Abtrag realisiert werden.

Bearbeitung im defokussierten Zustand bewirkt auch bei 355 nm keinen signifikanten Abtrag.

Durch den zeitaufwändigen Materialabtrag wurde die kurze Wellenlänge als schlechter geeignet zur effizienten Fertigung der Matrizen bewertet. Die Oberflächenqualität der erzeugten Testfelder war zudem nicht signifikant höher, als die mit Infrarot strukturierten.

Strukturieren der ersten Matrizen

Aus den untersuchten Parameterintervallen wurden zwei Kombinationen zur Matrizen-Herstellung ausgewählt (siehe Tabelle 9). Für eine hohe Prozesseffizienz wurde für beide Varianten die Wellenlänge von 1064 nm genutzt. Das MOC-Design wurde als Kontur in die Software geladen und mit den festgelegten Parametern bearbeitet. Die Abtragstiefe der mit diesen Parametern strukturierten Testfelder war 150 µm bei 750 mm/s und 90 µm bei 1000 mm/s. Die Anforderungen an die Kanaltiefe werden somit erfüllt.

Parameter	Einheit	Matrize 1	Matrize 2
Wellenlänge	nm	1064	1064
Brennweite	mm	255	255
Scangeschwindigkeit	mm/s	750	1000
Leistung	W	24,2	24,2
Pulsrepetierrate	kHz	200	200
Überfahrten	Stück	10	10
Scanlinienabstand	µm	50	50

Tabelle 9 Gewählte Parameterkombinationen zur Matrizenherstellung

Die mit einer Scangeschwindigkeit von 750 mm/s strukturierte Matrize ist in Abbildung 15 gezeigt. Die erhabene Kanalstruktur ist unbearbeitet, die helleren Flächen wurden abgetragen.

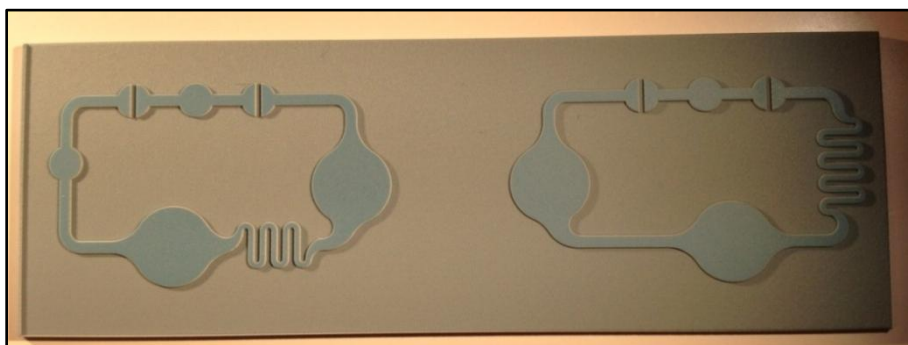


Abbildung 15 Strukturierte Abformmatrize aus LTCC (Matrize 1)

Die geometrischen Anforderungen des mikrofluidischen Designs wurden erfüllt. Für die Prüfung der Funktionalität der Matrizen ist ein Abformtest notwendig. Um die Qualität der strukturierten Oberflächen quantifizieren und somit vergleichen zu können, wurde vor der Abformung eine Messung der Oberflächenrauigkeit durchgeführt.

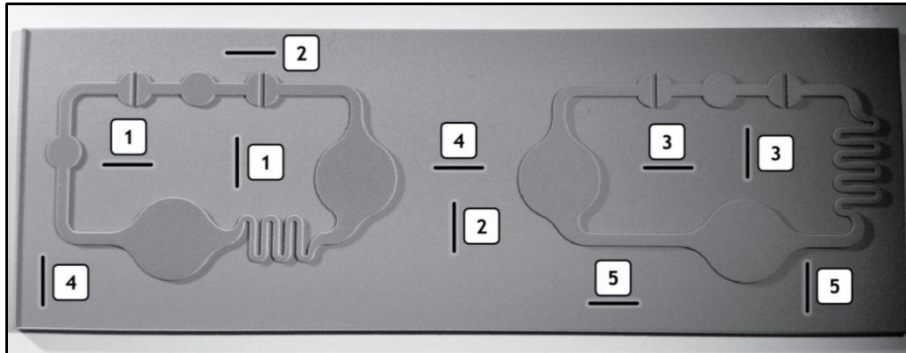


Abbildung 16 Horizontale und vertikale Messung der Rauigkeit

Dafür wurde die in 5.3.1 beschriebene Profilometrie genutzt. Es wurden vertikal und horizontal jeweils fünf Messungen durchgeführt (siehe Abbildung 16). Auf diese Weise kann eine mögliche Richtungsabhängigkeit der Oberflächenrauheit durch die Variation der Scanrichtung festgestellt werden.

Aus den gemessenen Werten wurde jeweils ein Mittelwert gebildet. Die Ergebnisse in Tabelle 10 zeigen, dass die Rauigkeiten der beiden Matrizen nahezu gleich groß sind. Bei beiden weisen die Messungen in vertikaler Richtung niedrigere Werte auf.

Rauigkeit		Matrize 1		Matrize 2	
Ausrichtung	Messung	R_a in μm	R_z in μm	R_a in μm	R_z in μm
horizontal	1	2,9	17,0	3,0	17,7
	2	3,4	21,8	2,8	17,2
	3	2,9	17,4	3,0	20,0
	4	3,0	16,6	3,0	19,7
	5	3,3	20,5	3,3	21,2
	Mittelwert	<u>3,1</u>	<u>18,7</u>	<u>3,0</u>	<u>19,2</u>
vertikal	1	2,6	15,3	2,5	13,9
	2	1,9	11,4	2,6	15,1
	3	2,2	13,5	2,0	12,4
	4	2,0	14,2	2,7	15,4
	5	2,9	18,4	2,9	17,9
	Mittelwert	<u>2,3</u>	<u>14,6</u>	<u>2,5</u>	<u>14,9</u>

Tabelle 10 Gemessen Oberflächen-Rauigkeiten der gefertigten Matrizen

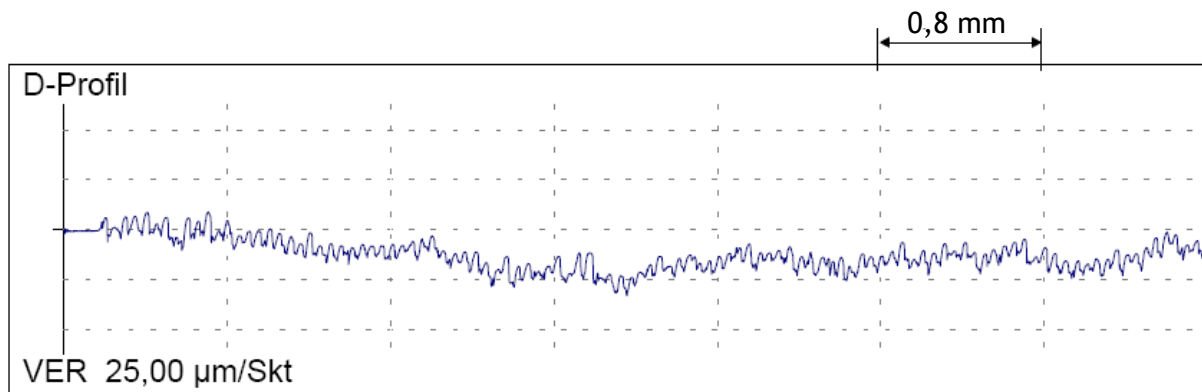


Abbildung 17 Rauigkeitsprofil der horizontalen Messung 3 an der Matrice 1

Als Beispiel einer Messung der Oberfläche mit dem Profilometer ist in Abbildung 17 ein Rauigkeitsprofil gezeigt. Das Raster im Hintergrund steht für die sieben 0,8 mm langen Segmente der insgesamt abgetasteten Strecke. Davon werden nur die mittleren fünf Bereiche zur Berechnung der Rauigkeiten verwendet.

Um die ermittelten Rauigkeiten bewerten zu können, ist ein Vergleichswert erforderlich. Dazu wurde die Oberfläche eines unbearbeiteten LTCC-Substrats profilometrisch vermessen.

Rauigkeit	Substrat	
	R_a in μm	R_z in μm
1	0,6	3,9
2	0,6	4,0
3	0,6	4,1
4	0,6	3,8
5	1,1	6,4
Mittelwert	<u>0,7</u>	<u>4,44</u>

Wie Tabelle 11 zeigt, liegt die Rauigkeit des Ausgangsmaterials noch deutlich unter der der strukturierten Matrizen. Inwiefern sich diese rauere Oberfläche auf die Funktionalität des Fluidikbauteils auswirkt, muss im Abformtest ermittelt werden.

Tabelle 11 Rauigkeit des Substrats

Die relativ hohe Rauigkeit der strukturierten Fläche bestätigt sich bei der Analyse mit dem digitalen Mikroskop. Abbildung 18 zeigt eine quasi-dreidimensionale Ansicht des Mäanderelements von Matrice 1. Da die Aufnahme aus mehreren Einzelabbildungen der verschiedenen Schärfenebenen zusammengesetzt wurde, kann für die Abbildung kein Maßstab angegeben werden. Die Stegbreite des Mäanders beträgt ca. 200 μm .

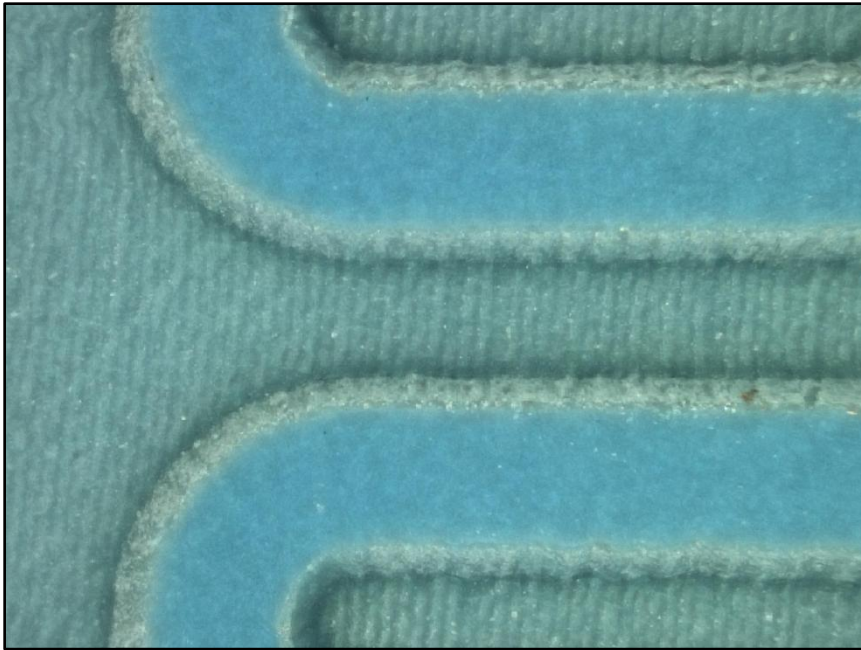


Abbildung 18 Dreidimensionale, vergrößerte Ansicht des Mäanderelements der Matrize 1

Der Abformtest wurde wie in 5.1 beschrieben durchgeführt. Nach der Inkubation bei 80°C waren die Matrizen bereits an jeweils einer Stelle gebrochen. Das ausgehärtete Polymer ließ sich anschließend nicht von den Matrizen ablösen. Die Haftung des PDMS an der LTCC war so stark, dass die Keramiksubstrate beim Abziehen in weitere Stücke zerbrachen. Die geringe Duktilität und die hohe Sprödhheit des Werkstoffs wirken sich hier negativ aus. Die durch die Kraftwirkung eingebrachten Spannungen konnten nicht durch das Material kompensiert werden, sondern bauten sich durch Versagen ab (siehe Abbildung 19).

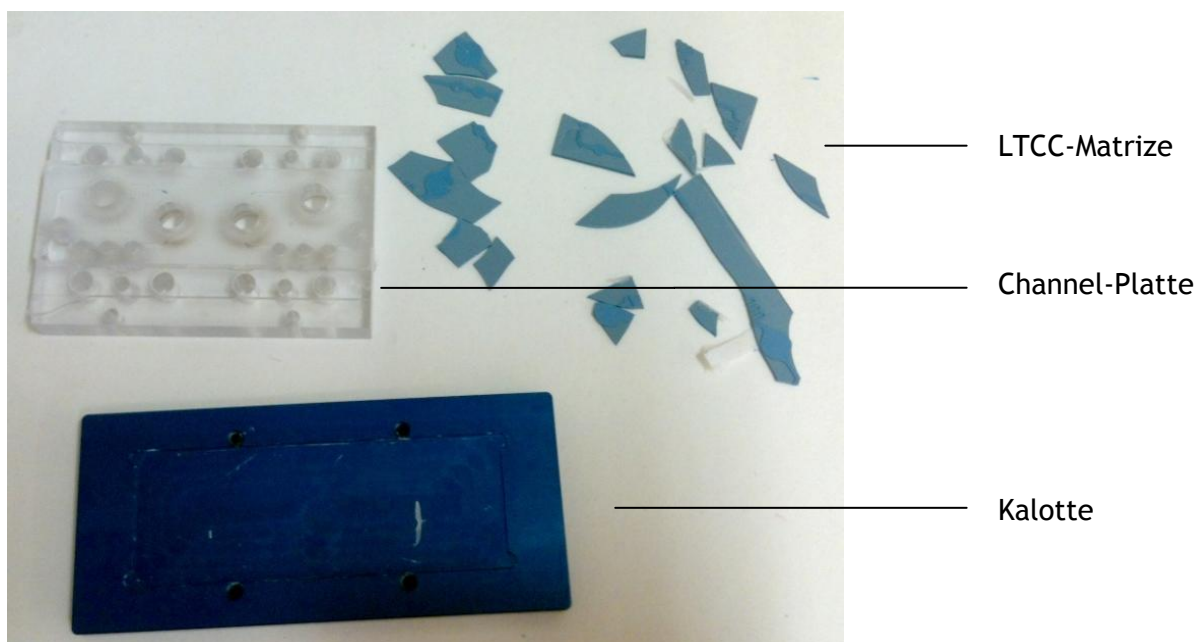


Abbildung 19 Beim Ablösen zerbrochene Matrize

Dabei konnte kein Unterschied zwischen den mit verschiedenen Scangeschwindigkeiten gefertigten Matrizen festgestellt werden.

Wahrscheinlicher Grund für diese starke Haftung ist die zu hohe Rauigkeit der Matrizen. Diese mikroskalige Struktur bewirkt eine Vergrößerung der Oberfläche und somit bessere Bedingungen für einen festen Materialverbund. Abbildung 20 zeigt einen Ausschnitt des von Matrize 1 abgeformten Polymers. Die Textur der Oberfläche ist gut erkennbar. Der Riss im unteren Bereich des Bildes wurde durch den Bruch der Matrize während des Vernetzungsprozesses verursacht.

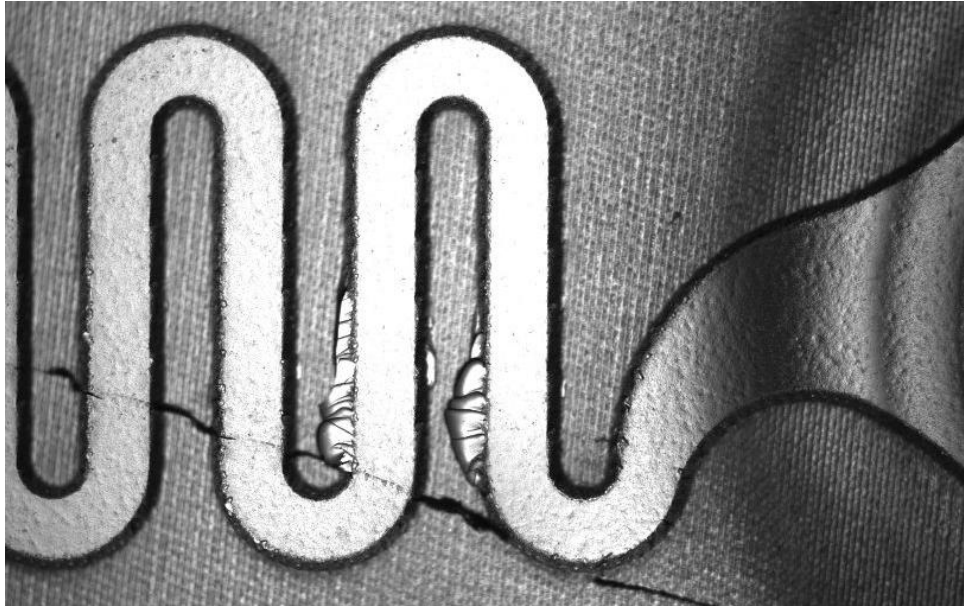


Abbildung 20 20-fache Vergrößerung des Mäanderelements eines abgeformten PDMS-Chips ⁴⁵

Trotz der Zerstörung der Matrizen konnte die mikrofluidische Struktur in das PDMS übertragen werden. Dadurch war es möglich, den Funktionalitätstest durch Bonden (siehe 5.2) durchzuführen.

Die Mikrofluidik-Chips konnten plasmagestützt mit einem Objektträger gedeckelt werden. Die durch die große Rauigkeit der Polymere eingebrachten Spannungen führten jedoch beide Male zum Bruch des Glassubstrates. Eine Optimierung der Oberflächen war somit erforderlich, um die Funktionalität der Matrizen zu gewährleisten.

Die Untersuchungen mit den ersten gefertigten Matrizen können wie folgt zusammengefasst werden:

- die Übertragung der mikrofluidischen Designs unter Erfüllung der geometrischen Anforderungen hinsichtlich Strukturbreite und -tiefe war erfolgreich,
- das Abformen des Polymers von den Matrizen ist bisher nur unter Zerstörung der Form möglich,
- die Rauigkeit der Oberfläche ist zu hoch, um das Polymer dauerhaft auf ein Glassubstrat zu bonden.

Daraus ergab sich für die weiterführenden Untersuchungen die Bestrebung, möglichst glatte Oberflächen mit geringeren Rauigkeiten zu generieren.

⁴⁵ Foto: Sven Brincker, Technische Universität Berlin

6.2 Weiterführende Untersuchungen zur Homogenisierung der Oberflächen

Die Prämisse der Arbeit war es, funktionierende Abformmatrizen herzustellen. Um diese Zielstellung zu erfüllen, mussten die Oberflächen der Substrate so strukturiert werden, dass sie ausreichend glatt für den Ablöseprozess sind.

Variation des Pulsüberlapps bei 1064 nm

In den bisherigen Untersuchungen hatten Scangeschwindigkeit und Scanlinienabstand den maßgeblichen Einfluss auf die Oberfläche der Testfelder. Aus diesem Grund wurde der in 4.2.1 beschriebene Pulsüberlapp u_f als entscheidender Parameter variiert.

In Tabelle 12 sind der Pulsüberlapp und die zugehörige Scangeschwindigkeit bei einer Repeterrate von 200 kHz und dem gemessenen Fokusbereich von 120 μm aufgeführt. Der Scanlinienabstand s wurde so angepasst, dass der Abstand zwischen zwei Laserpulsen in Scanrichtung und vertikal dazu gleich groß ist.

Pulsüberlapp u_f		Scangeschwindigkeit v	Scanlinienabstand s
%	μm	mm/s	μm
10	12	21600	108
20	24	19200	96
30	36	16800	84
40	48	14400	72
50	60	12000	60
60	72	9600	48
70	84	7200	36
80	96	4800	24
90	108	2400	12

Tabelle 12 Pulsüberlapp und zugehörige Geschwindigkeiten und Scanlinienabstände bei 200 kHz und 120 μm Fokusbereich

Für die Untersuchungen zum Einfluss des Pulsüberlapps wurde anfangs die infrarote Wellenlänge verwendet. Die untersuchten Parameterkombinationen sind in Tabelle 13 zusammengefasst.

Parameter		Testfeldmatrix 10	Testfeldmatrix 11	Testfeldmatrix 12
Wellenlänge	nm	1064	1064	1064
Frequenz	kHz	200	200	200
Brennweite	mm	255	255	255
Pulsüberlapp	%	10 20 30 40 50	40 50 60 70 80	40 50 60 70 80
	µm	12 24 36 48 60	48 60 72 84 96	48 60 72 84 96
Laserleistung	%	40 50 60 70 80	10 20 30 40 50	20
	W	12,4 15,4 18,4 21,3 24,2	3,3 6,4 9,5 12,4 15,4	6,4
Überfahrten	Stück	4	4	4 8 12 16 20

Parameter		Testfeldmatrix 13	Testfeldmatrix 14
Wellenlänge	nm	1064	1064
Frequenz	kHz	200	100
Brennweite	mm	255	255
Pulsüberlapp	%	80	40 50 60 70 80
	µm	96	24 36 48 60 72
Laserleistung	%	10 15 20 25 30	60 70 80 90 100
	W	3,3 4,8 6,4 7,7 9,5	9,1 10,6 12,1 13,5 14,9
Überfahrten	Stück	4 8 12 16 20	4

Tabelle 13 Parameter zur Variation des Pulsüberlapps bei 1064 nm

Die Beurteilung der Testfelder erfolgte zunächst qualitativ mittels Lichtmikroskop. Die mit geringem Pulsüberlapp bearbeitete Testfeldmatrix 10 wies eine deutliche unregelmäßige Struktur auf. Die Erhöhung der Leistung hatte keinen Einfluss auf die Homogenität der Oberflächen, führte lediglich zur stärkeren Ablagerungen.

Die Erhöhung des Pulsüberlapps und der Leistung in der nächsten Matrix führte zu glatteren Testfeldern mit geringer Ablationstiefe.

Da höhere Leistungen zuvor mit starker Debris verbunden waren, wurde die Testfeldmatrix 12 mit nur 6,4 W und der gleichen Variation des Pulsüberlapps erzeugt. Durch das schrittweise Erhöhen der Anzahl an Überfahrten konnte ein signifikant tieferer Abtrag realisiert werden. Die Oberfläche war bei Testfeldern mit weniger als zehn Überfahrten deutlich rauer. Ein weiteres Steigern der Überfahrten ermöglicht jedoch keine stärkere Homogenisierung. Die Ablation konnte dadurch deutlich erhöht werden.

Testfeldmatrix 13 wurde mit 80 % Pulsüberlapp strukturiert, da diese Testfelder die günstigsten Oberflächen aufwiesen. Die Laserleistung wurde in 5 %-Schritten, die Zahl der Überfahrten um jeweils vier erhöht. Erst ab 6,4 W Leistung fand ein effizienter Materialabtrag statt. Weitere Versuche mit Pulsüberlappungen größer 80 % ergaben rauere Oberflächen mit starker Debris.

Die mit 100 kHz Pulsfrequenz strukturierten Testfelder der Matrix 14 hatten inhomogene Oberflächen mit interferenzartigen Texturen. Bei voller Leistung und 40 bis 60 % Pulsüberlapp ergab sich eine deutliche Rippelstruktur mit kugelförmigen Ablagerungen. Auch bei dieser Frequenz sind die Oberflächen bei 70 % Überlapp am homogensten. Die Qualität der mit 200 kHz bearbeiteten Flächen konnte jedoch nicht erreicht werden. Für die weiteren Untersuchungen und die Matrizenherstellung wurde daher wieder die Pulsrepetierrate von 200 kHz genutzt.

Matrix 13 1064 nm 200 kHz uf = 80 %			
Überfahrten	Leistung		Abtragstiefe
Stück	%	W	µm
4	20	6,4	95
8	20	6,4	115
12	20	6,4	215
16	20	6,4	240
4	25	7,7	100
8	25	7,7	230
12	25	7,7	300
16	25	7,7	400

Tabelle 14 Abtragstiefe ausgewählter Felder der Matrix 13

Die Messung ausgewählter Felder der Matrix 13 ergab große Abtragstiefen. In Tabelle 14 sind die Messwerte aufgelistet. Da für die Strukturierung des mikrofluidischen Designs Strukturiefen zwischen 80 und 200 µm erforderlich sind, eignen sich nur bestimmte Parameter der Matrix 13.

Um die qualitative Einschätzung der Oberflächen quantifizieren zu können, wurde die Rauigkeit einzelner Felder mit dem Profilometer gemessen. Dafür wurde die Testfeldmatrize 12 gewählt. An Matrix 12 sollte gemessen werden, ob die Rauigkeit bei 80 % Pulsüberlapp tatsächlich am niedrigsten ist. Tabelle 15 zeigt die aufgenommenen Messwerte.

Matrix 12 1064 nm 200 kHz 6,4 W				
Überfahrten	Pulsüberlapp		R _a	R _z
Stück	%	µm	µm	µm
12	60	72	4,8	25,2
12	80	96	1,7	9,1
16	40	48	5,1	32,5
16	60	72	4,6	29,9
16	70	84	5,7	28,6
16	80	96	1,6	9,4
20	40	48	6,4	34,0
20	50	60	6,3	28,9

Tabelle 15 Rauigkeit ausgewählter Flächen der Testfeldmatrix 12

Die Werte belegen den visuellen Eindruck, dass ein Pulsüberlapp von 80 % den günstigsten Einfluss auf die Homogenität der Oberflächen besitzt. Die Rauigkeit der beiden so strukturierten Felder ist signifikant kleiner, als die der übrigen Flächen. Die Anzahl der Überfahrten scheint dabei keinen relevanten Einfluss auf die Oberflächenqualität zu besitzen.

Tabelle 16 zeigt, dass die gemittelte Rauigkeit der beiden mit 80 % Pulsüberlapp strukturierten Flächen um mehr als Faktor 3 kleiner als der Mittelwert der restlichen Felder ist.

Matrix 12 1064 nm 200 kHz 6,4 W		
Pulsüberlapp	Mittelwert	
%	R _a in µm	R _z in µm
80	1,7	9,3
Sonstige	5,5	29,9

Tabelle 16 Mittelwerte der Rauigkeiten

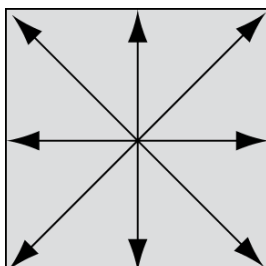
Zur Quantifizierung des Einflusses von Leistung und Überfahrten wurde die Rauigkeit einzelner Testfelder der Matrix 13 gemessen (siehe Tabelle 17).

Matrix 13 1064 nm 200 kHz uf = 80 %				
Überfahrten	Leistung		R _a	R _z
Stück	%	W	µm	µm
4	20	6,4	1,9	10,6
8	20	6,4	1,7	10,0
8	25	7,7	1,6	7,7
8	30	9,5	1,7	9,2
12	25	7,7	1,5	9,1
12	30	9,5	1,7	10,7
16	25	7,7	1,5	8,4

Tabelle 17 Rauigkeit ausgewählter Flächen der Testfeldmatrix 13

Alle Flächen wiesen geringe Rauigkeiten auf. Ein signifikanter Einfluss von Leistung oder Anzahl der Überfahrten auf die Qualität der Oberflächen konnte nicht festgestellt werden.

Auf Grund der guten Messergebnisse wurden mit der günstigen Parameterkombination von 80 % Pulsüberlapp, 200 kHz und 6,4 W weitere Experimente durchgeführt. Dabei sollte der Einfluss der Scanrichtung ermittelt werden. Dazu wurden die Testfelder wie in Abbildung 21 strukturiert.



Mit dieser Variante erfolgte bei jeder Überfahrt eine Drehung der Scanrichtung um 45°. Zum Vergleich wurden Testfelder mit einer über die Software zufällig gewählten Scanrichtung bearbeitet.

Die Auswertung ergab, dass bei bis zu acht Überfahrten die 45°-Methode zu glatteren Oberflächen führt, als die Zufalls-Variante.

Abbildung 21

Bei dieser geringen Zahl an Überfahrten sind jedoch beide Testfelder nicht ausreichend homogen für die gewünschte Applikation, sondern weisen gitterartige Texturen auf. Bei mehr als acht Überfahrten eignet sich die zufällige Scanrichtung besser für möglichst geringe Rauigkeiten. Da mehr als acht Überfahrten zum Erreichen der notwendigen Ablationstiefe erforderlich sind, wurde die zufällige Scanmethode für die weiteren Experimente verwendet.

Die Untersuchungen zum Einfluss des Pulsüberlapps bei 1064 nm ergaben folgende Erkenntnisse:

- ein signifikanter Abtrag findet erst ab 20 % Leistung, also ab 6,4 W statt
- die Anzahl der Überfahrten wirkt bis ca. zehn homogenisierend auf die Oberfläche, darüber hinaus beeinflusst sie lediglich die Abtragstiefe
- der optimale Pulsüberlapp für möglichst glatte Oberflächen liegt bei 80 % und ist weitgehend unabhängig von Leistung und Anzahl der Überfahrten
- eine zufällige Wahl der Scanrichtung beeinflusst die Oberfläche positiv.

Variation des Pulsüberlapps bei 355 nm

Mit der ultravioletten Laserstrahlung bei 355 nm wurden ebenfalls Untersuchungen zum Einfluss des Pulsüberlapps durchgeführt. Tabelle 18 zeigt die verwendeten Parameterkombinationen in einer Übersicht.

Parameter		Testfeldmatrix 15	Testfeldmatrix 16
Wellenlänge	nm	355	355
Frequenz	kHz	200	100
Brennweite	mm	250	250
Pulsüberlapp	%	40 50 60 70 80	70 75 80 85 90
	µm	48 60 72 84 96	84 90 96 102 108
Laserleistung	%	30 40 50 60 70	60 70 80 90 100
	W	1,0 1,7 2,7 3,8 5,2	3,8 5,2 6,5 8,0 9,3
Überfahrten	Stück	4	4

Parameter		Testfeldmatrix 17	Testfeldmatrix 18
Wellenlänge	nm	355	355
Frequenz	kHz	200	200
Brennweite	mm	250	250
Pulsüberlapp	%	80	80
	µm	96	96
Laserleistung	%	60 70 80 90 100	60 70 80 90 100
	W	3,8 5,2 6,5 8,0 9,3	3,8 5,2 6,5 8,0 9,3
Überfahrten	Stück	4 8 12 16 20	16 20 24 28 32

Tabelle 18 Parameter zur Variation des Pulsüberlapps bei 355 nm

Da, wie in Kapitel 4.2.2 beschrieben, eine Strahldiagnose für diese Wellenlänge nicht durchführbar war, wurde für die Berechnung des Pulsüberlapps der gleiche Fokussdurchmesser angenommen, wie für 1064 nm. Nach Formel 3 ist die Fokussierbarkeit für kürzere Wellenlängen zwar höher, Frequenzkonversion wirkt sich hingegen nachteilig auf die Strahlqualität aus. Der Einfluss dieser Effekte kann nicht quantitativ abgeschätzt werden. Um dennoch Berechnungen zu Pulsüberlapp, Intensität und Fluenz anstellen zu können, wurde ein Strahldurchmesser von 120 μm wie bei der infraroten Wellenlänge angenommen.

Für die Testfeldmatrix 15 wurden Pulsüberlapp und Leistung variiert. Die mikroskopische Auswertung ergab eine gute Qualität der Flächen. Mit diesen Parametern konnte jedoch nur ein sehr geringer Abtrag realisiert werden.

Trotz Erhöhung von Laserleistung und Pulsüberlapp waren die Ablationstiefen der folgenden Testfeldmatrix nicht ausreichend für die gewünschten fluidischen Strukturen. Wie schon bei 1064 nm ergab ein Pulsüberlapp von 80 % die homogensten Oberflächen.

In Testfeldmatrix 17 wurde daher mit 80 % Pulsüberlapp bearbeitet. Um einen tieferen Abtrag zu erreichen, wurde die Anzahl der Überfahrten schrittweise erhöht. Die Oberfläche der so erzeugten Testfelder war homogen, glatt und mit zunehmender Anzahl an Überfahrten tendenziell glänzend.

Mögliche Ursache dafür ist der in der Keramik enthaltene Netzwerkbildner, der bereits bei relativ niedrigen Temperaturen schmilzt und dadurch eine Verglasung der Oberfläche bewirkt. Durch die Oberflächenspannung der Schmelze könnte sich dieser Effekt positiv auf die Rauigkeit der strukturierten Keramik auswirken.

Durch eine nochmalige Erhöhung der Anzahl an Überfahrten in Testfeldmatrix 18 konnte ein tieferer Abtrag und eine stärkere Verglasung der Oberflächen erreicht werden, damit war jedoch zugleich eine Erhöhung der Bearbeitungsdauer verbunden.

Die Ablationstiefen der Testfeldmatrix 17 wurden profilometrisch gemessen und sind in Tabelle 19 zusammengefasst. Der Abtrag nimmt erwartungsgemäß mit steigender Leistung und Anzahl an Überfahrten zu.

Matrix 17 355 nm 200 kHz uf = 80 %						
varierte Parameter		Abtragstiefe in μm				
Laserleistung	%	60	70	80	90	100
	W	3,8	5,2	6,5	8,0	9,3
Überfahrten	20	85	95	140	150	290
	16	62	90	120	130	240
	12	30	70	100	120	190
	8	25	40	60	75	100
	4	15	20	30	35	50

Tabelle 19 Ablationstiefen der Testfeldmatrix 17

Der Einfluss der Laserleistung und der Anzahl an Überfahrten auf die Ablationstiefe ist in Diagramm 5 veranschaulicht. Im untersuchten Intervall besteht eine nahezu lineare Abhängigkeit der Abtragstiefe von der Zahl der Überfahrten.

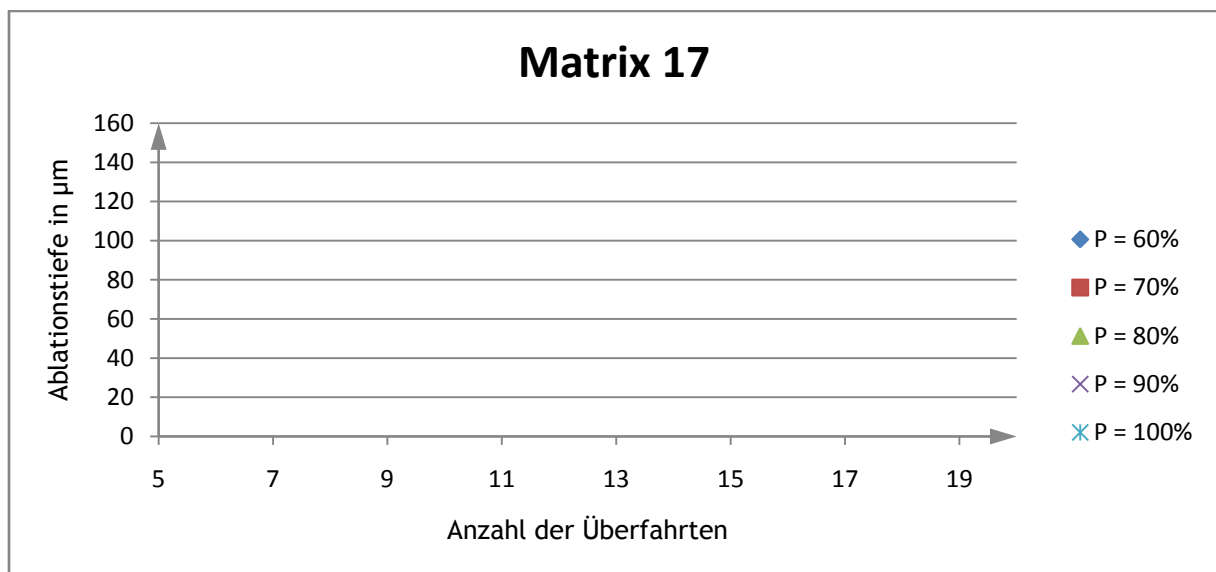


Diagramm 5 Ablationstiefe in Abhängigkeit von Leistung und Anzahl der Überfahrten

Wie bei den Untersuchungen mit 1064 nm wurde neben der Abtragstiefe auch die Rauigkeit einzelner Flächen profilometrisch vermessen (siehe Tabelle 20).

Matrix 17 355 nm 200 kHz uf = 80 %				
Überfahrten	Leistung		R _a	R _z
Stück	%	W	µm	µm
4	60	3,8	4,5	23,4
8	60	3,8	4,4	20,8
20	60	3,8	4,5	26,5
8	70	5,2	3,8	22,7
20	70	5,2	4,5	24,8
4	80	6,5	1,3	7,4
20	80	6,5	1,9	6,5
Matrix 18 355 nm 200 kHz uf = 80 %				
Überfahrten	Leistung		R _a	R _z
Stück	%	W	µm	µm
28	70	5,2	1,0	5,3
32	70	5,2	0,8	5,2
24	80	6,5	0,6	3,8
28	80	6,5	0,6	3,4
32	80	6,5	0,7	3,9
24	90	7,96	0,7	3,6
28	90	7,96	0,7	4,1
32	90	7,96	0,6	3,1
20	100	9,32	0,7	4,4
24	100	9,32	0,6	4,0
28	100	9,32	0,7	3,6
32	100	9,32	0,7	3,8

Tabelle 20 Rauigkeiten ausgewählter Felder aus Matrix 17 und 18

Dafür wurden die beiden Testfeldmatrizen gewählt, die mit dem günstigen Pulsüberlapp von 80 % strukturiert wurden. Der Einfluss der Laserleistung und der Zahl der Überfahrten auf die Rauigkeit konnte so abgeschätzt werden.

Bei der mit weniger Überfahrten strukturierten Matrix 17 wurden die glattesten Oberflächen bei einer Laserleistung von 6,5 W erzeugt. Die mit geringeren Leistungswerten bearbeiteten Flächen wiesen mehr als doppelt so große Rauigkeiten auf. Insbesondere die gemessenen Rautiefen R_z waren wesentlich höher.

Im Gegensatz dazu besaßen die untersuchten Testfelder von Matrix 18 sehr glatte Oberflächen. Diese Strukturierung wurde mit höheren Laserleistungen durchgeführt, was einen günstigen Einfluss auf die Qualität der Oberfläche zur Folge hatte. Die mit weniger als 6,5 W strukturierten Felder wiesen auch bei dieser Matrix die höchsten Rautiefen auf. Die Anzahl der Überfahrten hingegen scheint keinen signifikanten Einfluss auf die Rauigkeit zu haben.

Um den Einfluss der Wellenlänge abschätzen zu können, wurden aus den Testfeldmatrizen 12, 13, 17 und 18 jeweils die Flächen verglichen, die mit einem Pulsüberlapp von 80 % und einer Laserleistung von 6,4 bzw. 6,5 W strukturiert wurden. Die gemessenen Rauigkeiten sind in Tabelle 21 zusammengefasst.

1064 nm 200 kHz uf = 80 %				
Überfahrten	Leistung		R _a	R _z
Stück	%	W	µm	µm
4	20	6,4	1,9	10,6
8	20	6,4	1,7	10,0
12	20	6,4	1,7	9,1
16	20	6,4	1,6	9,4
Mittelwert			<u>1,7</u>	<u>9,8</u>
355 nm 200 kHz uf = 80 %				
Überfahrten	Leistung		R _a	R _z
Stück	%	W	µm	µm
4	80	6,5	1,3	7,4
20	80	6,5	1,9	6,5
24	80	6,5	0,6	3,8
28	80	6,5	0,6	3,4
32	80	6,5	0,7	3,9
Mittelwert			<u>1,0</u>	<u>5,0</u>

Tabelle 21 Vergleich der Wellenlängen bei gleichem Pulsüberlapp

Der Vergleich der Messungen zeigt, dass die Rauigkeiten der mit 1064 nm bearbeiteten Flächen im Mittel etwa doppelt so groß sind, wie die der mit ultravioletter Strahlung strukturierten. In dieser Übersicht ist eine leichte Tendenz zu glatteren Oberflächen bei steigender Anzahl an Überfahrten zu erkennen.

Bei beiden Wellenlängen ergeben sich bei der Bearbeitung mit ca. 6,5 W sehr geringe Rauigkeiten. Das entspricht einer Intensität von ca. 57,5 kW/cm² und einer Fluenz von 287 µJ/cm².

Die Untersuchungen mit 355 nm ergaben sehr gute Oberflächen, jedoch bei wesentlich geringeren Abtragsraten als bei 1064 nm. Durch den hohen Zeitaufwand der Strukturierung sinkt die Prozesseffizienz. Aus diesem Grund wurden keine kompletten Matrizen mit dieser Wellenlänge strukturiert. Stattdessen wurde eine kombinierte Bearbeitung mit infraroter und ultravioletter Wellenlänge durchgeführt.

Kombinierte Bearbeitung mit 1064 und 355 nm

Ziel dieser Methode ist die Kombination der effektiven Strukturierung der infraroten Laserstrahlung mit der hohen Oberflächenqualität bei Bearbeitung mit der ultravioletten Wellenlänge. Dafür wurden Testfelder zunächst mit infraroter Strahlung strukturiert und anschließend mit der ultravioletten Wellenlänge geglättet. Tabelle 22 zeigt die Übersicht der Parameter für die ersten vier Testfeldmatrizen.

Wellenlänge	Parameter		Testfeldmatrix 19	Testfeldmatrix 20
1064 nm	Frequenz	kHz	200	200
	Brennweite	mm	255	255
	Laserleistung	%	80	20
		W	24,2	6,4
	Scangeschwindigkeit	mm/s	750	4800
	Scanlinienabstand	µm	50	24
	Überfahrten	Stück	10	8
355 nm	Frequenz	kHz	200	200
	Brennweite	mm	250	250
	Pulsüberlapp	%	80	80
		µm	96	96
	Laserleistung	%	15 20 25 30 35	15 20 25 30 35
		W	0,1 0,4 0,7 1,0 1,2	0,1 0,4 0,7 1,0 1,2
	Überfahrten	Stück	4 6 8 10 12	4 6 8 10 12

Wellenlänge	Parameter		Testfeldmatrix 21	Testfeldmatrix 22
1064 nm	Frequenz	kHz	200	200
	Brennweite	mm	255	255
	Laserleistung	%	20	20
		W	6,4	6,4
	Scangeschwindigkeit	mm/s	4800	4800
	Scanlinienabstand	µm	24	24
	Überfahrten	Stück	12	18
355 nm	Frequenz	kHz	200	200
	Brennweite	mm	250	250
	Pulsüberlapp	%	80	80
		µm	96	96
	Laserleistung	%	60 70 80 90 100	60 70 80 90 100
		W	3,8 5,2 6,5 8,0 9,3	3,8 5,2 6,5 8,0 9,3
	Überfahrten	Stück	12 16 20 24 28	12 16 20 24 28

Tabelle 22 Parameter zur Untersuchung mit kombinierten Wellenlängen

Für Matrix 19 wurden die Parameter zur Bearbeitung mit 1064 nm verwendet, die für die Herstellung der ersten Matrizen genutzt wurden. Dabei wurden alle Felder mit der gleichen Parameterkombination strukturiert. Danach erfolgte die Bearbeitung mit 355 nm unter Variation von Leistung und Anzahl der Überfahrten.

Die Testfelder zeichneten sich durch einen signifikanten, präzisen Abtrag aus. Die Oberflächen wiesen Texturen und Muster auf, so dass die Rauigkeit der bearbeiteten Flächen nicht ausreichend niedrig war.

Da sich bei beiden Wellenlängen die glattesten Oberflächen bei einem Pulsüberlapp von 80 % ergaben, wurde dieser in Testfeldmatrix 20 auch für die Infrarot-Strukturierung verwendet. Die mikroskopische Auswertung ergab, dass homogenere Flächen erzeugt wurden, als in der vorangegangenen Matrix.

Um den glättenden Effekt der Nachbearbeitung mit 355 nm zu verstärken, wurden die Anzahl der Überfahrten und die Laserleistung nochmals erhöht. Für die Strukturierung mit 1064 nm wurden die Überfahrten auf zwölf erhöht, um einen tieferen Abtrag zu realisieren. Ab 70 % Leistung setzte ein Verglasen der Oberflächen ein, so dass diese glänzend und glatt wurden.

In Testfeldmatrix 22 wurden die günstigen Parameter beibehalten und lediglich die Anzahl der Überfahrten für die Strukturierung mit der infraroten Wellenlänge auf 18 erhöht, um die Ablationstiefe zu erhöhen.

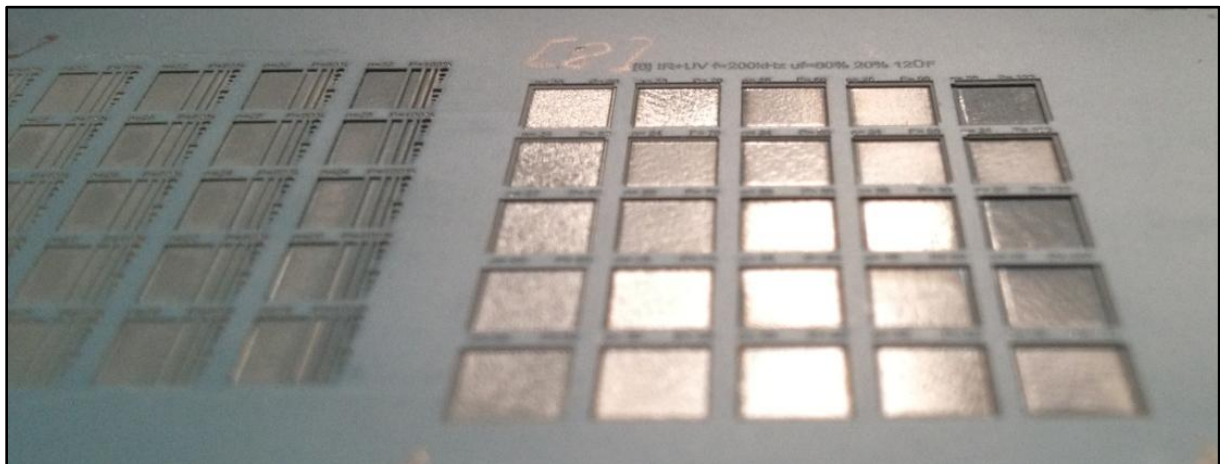


Abbildung 22 Draufsicht auf die kombiniert bearbeiteten Testfelder der Matrix 22

Durch die Erhöhung der Anzahl an Überfahrten wiesen alle Testfelder der Matrix glänzende Oberflächen auf (siehe Abbildung 22). Besonders glatt wirkten die Flächen, die mit 90 % Leistung strukturiert wurden. Dieser Effekt der Verglasung könnte sich möglicherweise günstig auf die Oberflächenqualität auswirken.

Der Abtrag der einzelnen Felder wurde profilometrisch gemessen und die Werte in Tabelle 23 zusammengefasst.

Matrix 22		Abtragstiefe in μm				
Laserleistung	%	60	70	80	90	100
	W	3,8	5,2	6,5	8,0	9,3
Überfahrten	28	110	130	140	160	175
	24	100	110	130	140	160
	20	95	100	115	120	140
	16	85	90	100	110	120
	12	75	80	95	100	110

Tabelle 23 Ablationstiefen der Testfeldmatrix 22

Die Abtragstiefen der kombinierten Strukturierung erreichten nicht die erwarteten Werte. Zum Vergleich wurden Testfelder herangezogen, die mit jeweils nur einer Wellenlänge bearbeitet wurden. In Tabelle 24 sind die bei 16 und 20 Überfahrten gemessenen Abtragstiefen aufgeführt. Aus diesen Werten wurde der Wert für 18 Überfahrten abgeschätzt.

Matrix 13 1064 nm 200 kHz uf = 80 %			
Laserleistung		Überfahrten	Abtragstiefe
%	W	Stück	μm
20	6,4	16	240
20	6,4	20	300
abgeschätzte Abtragstiefe		18	270

Tabelle 24 Ablationstiefen und geschätzter Abtrag aus Matrix 13

Die gewählten Parameter bei der Bearbeitung mit 1064 nm hätten somit eine Ablation von etwa 270 μm bewirken müssen. Da die Testfelder in Matrix 22 mit diesen Parametern und 18 Überfahrten bearbeitet wurden, müssten sie mindestens die Ablationstiefen von 270 μm aufweisen. Wie Tabelle 23 zeigt, liegt jedoch der maximale Abtrag bei 175 μm und ist somit signifikant niedriger.

Nachdem mit 1064 nm ca. 270 μm tiefe Strukturen erzeugt wurden, folgte die Bearbeitung mit 355 nm. Matrix 17 wurde mit der ultravioletten Strahlung unter den gleichen Parametern strukturiert, so dass in Tabelle 25 ein Vergleich der Abtragstiefen gezogen werden kann. Der Fokus wurde vor der Bearbeitung mit 355 nm nachgeführt, so dass er auf der abzutragenden Fläche und nicht auf den Kanalstrukturen lag.

Matrix	Überfahrten	Abtragstiefe in μm in Abhängigkeit von der Laserleistung				
Nr.	Stück	3,8 W	5,2 W	6,5 W	8,0 W	9,3 W
17	12	30	70	100	120	190
	16	62	90	120	130	240
	20	85	95	140	150	290
22	12	75	80	95	100	110
	16	85	90	100	110	120
	20	95	100	115	120	140

Tabelle 25 Vergleich der Abtragstiefen aus Matrix 17 und 22

Entgegen der Erwartungen fand bei der kombinierten Strukturierung keine näherungsweise Addition der Abtragstiefen der einzeln bearbeiteten Testfelder wie in Abbildung 23 veranschaulicht statt.

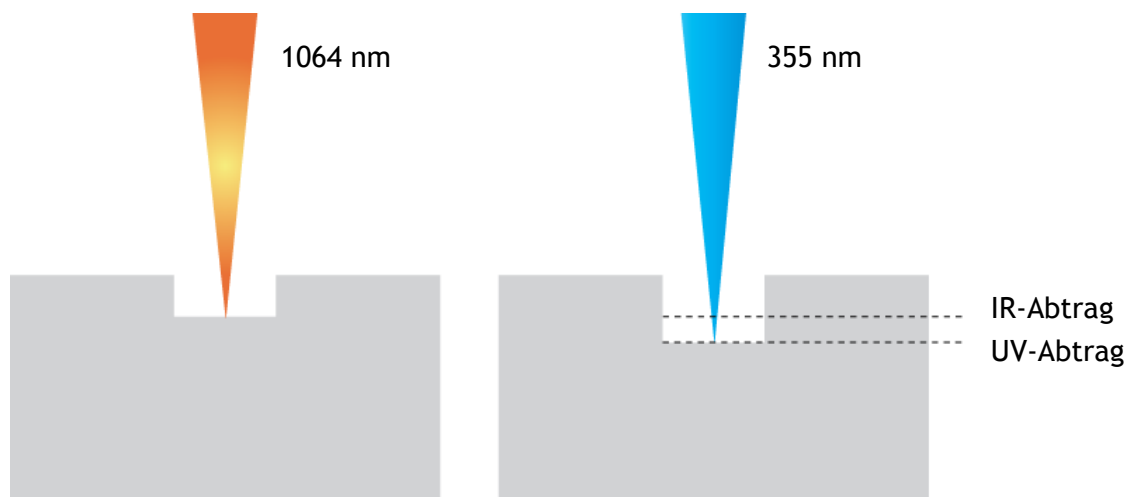


Abbildung 23 Erwarteter Abtragsmechanismus bei der kombinierten Bearbeitung

Stattdessen war der Gesamtabtrag der kombinierten Bearbeitung geringer, als die Ablationstiefen bei Strukturierung mit nur einer der beiden Parameterkombinationen. Der Unterschied ist in Tabelle 26 an einem konkreten Beispiel verdeutlicht.

Matrix	Laserleistung		Überfahrten	Abtragstiefe
Nr.	%	W	Stück	µm
13	20	6,4	18	270
17	80	6,5	12	100
Summe der Einzelabträge:				<u>370</u>
22	20	6,4	18	<u>95</u>
	80	6,5	12	

Tabelle 26 Vergleich erwarteter und tatsächlicher Abtrag

Die tatsächliche Abtragstiefe ist um Faktor 3,8 kleiner als der erwartete Wert. Möglicherweise ist dies darauf zurück zu führen, dass bei der Bearbeitung mit 1064 nm in großen Mengen pulverartige Rückstände auf dem Substrat verbleiben. Durch die Laserstrahlung wird das Material mit hoher Energie abgetragen und lagert sich in Form feiner Partikel ab. Bei der ausschließlichen Bearbeitung mit der infraroten Wellenlänge hatte dies keinen signifikanten Einfluss. Die Strahlung besitzt auf Grund der niedrigen linearen Absorption eine hohe Eindringtiefe und erreicht so das unter dem Pulver befindliche Substrat. Wird die Keramik jedoch unmittelbar danach mit der ultravioletten Strahlung bearbeitet, kommt es möglicherweise zu einem additiven Sintereffekt. Durch die kurze Wellenlänge und die damit verbundene geringe Eindringtiefe wird die Strahlung hauptsächlich im Bereich der Pulverrückstände absorbiert und erreicht nicht das Grundmaterial. Die feinen Partikel werden aufgeschmolzen und es kommt zu einem Sinterprozess, wie in Abbildung 24.

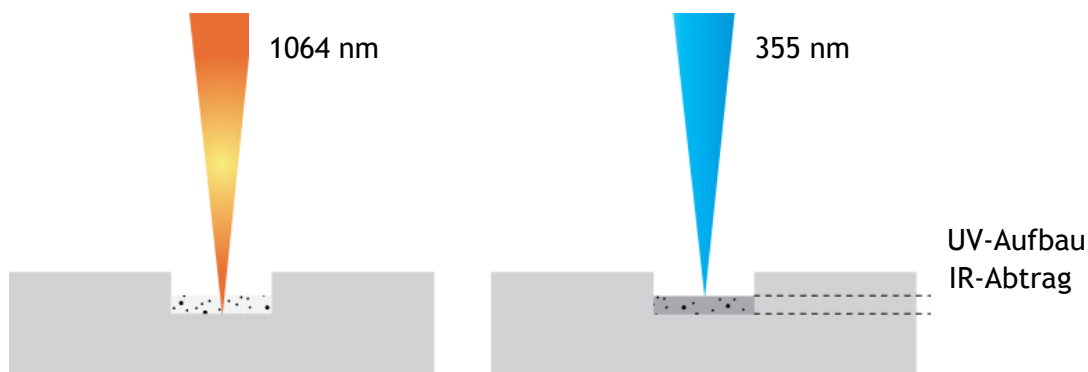


Abbildung 24 Erklärungsansatz für die kombinierte Bearbeitung

Mit dieser Theorie würde sich die geringere Abtragstiefe erklären lassen, da das Sintern ein additives Verfahren ist. Durch die Oberflächenspannung der Schmelze werden die erzeugten Flächen sehr glatt und homogen.

Um diese Annahme zu überprüfen, wurde die Testfeldmatrix 21 so geritzt und gebrochen, dass der Querschnitt der bearbeiteten Felder mit dem Rasterelektronenmikroskop analysiert werden konnte.

Abbildung 25 zeigt die 220-fache Vergrößerung des Querschnitts eines Testfeldes am REM. Die unregelmäßige Welligkeit der Bruchkante ist dadurch begründet, dass aus Zeitgründen kein Querschliff der Probe angefertigt wurde. Der Bildausschnitt wurde so gewählt, dass der Übergang zwischen unbearbeitetem Material (links) und dem Testfeld (rechts) deutlich wird. Die Aufnahme zeigt, dass unterhalb des ca. 100 µm tiefen Abtrags ein etwa genauso tiefer Bereich des Substrats modifiziert wurde. Dieses Gefüge unterscheidet sich deutlich vom Grundmaterial und weist eine wesentlich geringere Porosität auf. Die Oberfläche dieser Schicht wirkt wie erstarrte Schmelze und weist eine regelmäßige Struktur auf, die wahrscheinlich auf die Scanrichtung zurück zu führen ist.

Die REM-Aufnahme könnte die Theorie stützen: Mit der infraroten Strahlung wurde das Material bis in eine Tiefe von ca. 200 µm abgetragen. Die bei der Ablation entstehenden Pulverrückstände wurden durch die ultraviolette Laserstrahlung aufgeschmolzen, wodurch sich die effektive Abtragstiefe auf etwa 100 µm verringerte.

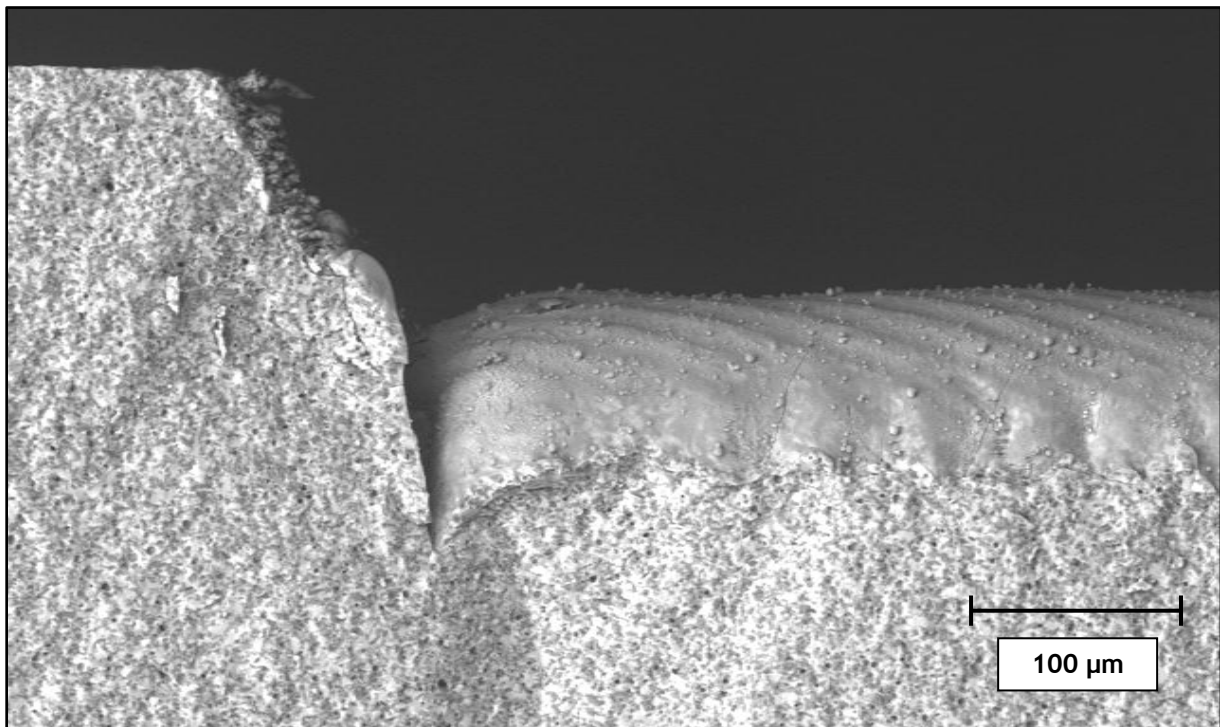


Abbildung 25 Querschnitt eines mit 1064 und 355 nm bearbeiteten Testfelds (Matrix 21) ⁴⁶

Um die Annahme zu verifizieren, wurde ein ausschließlich mit 1064 nm bearbeitetes Testfeld mit dem REM analysiert (siehe Abbildung 26). Auf diese Weise sollte ermittelt werden, ob der Umschmelzvorgang erst durch die kürzere Wellenlänge erfolgt, oder bereits bei der Strukturierung mit der Infrarotstrahlung statt findet.

⁴⁶ aufgenommen am Laserinstitut Mittelsachsen e. V.

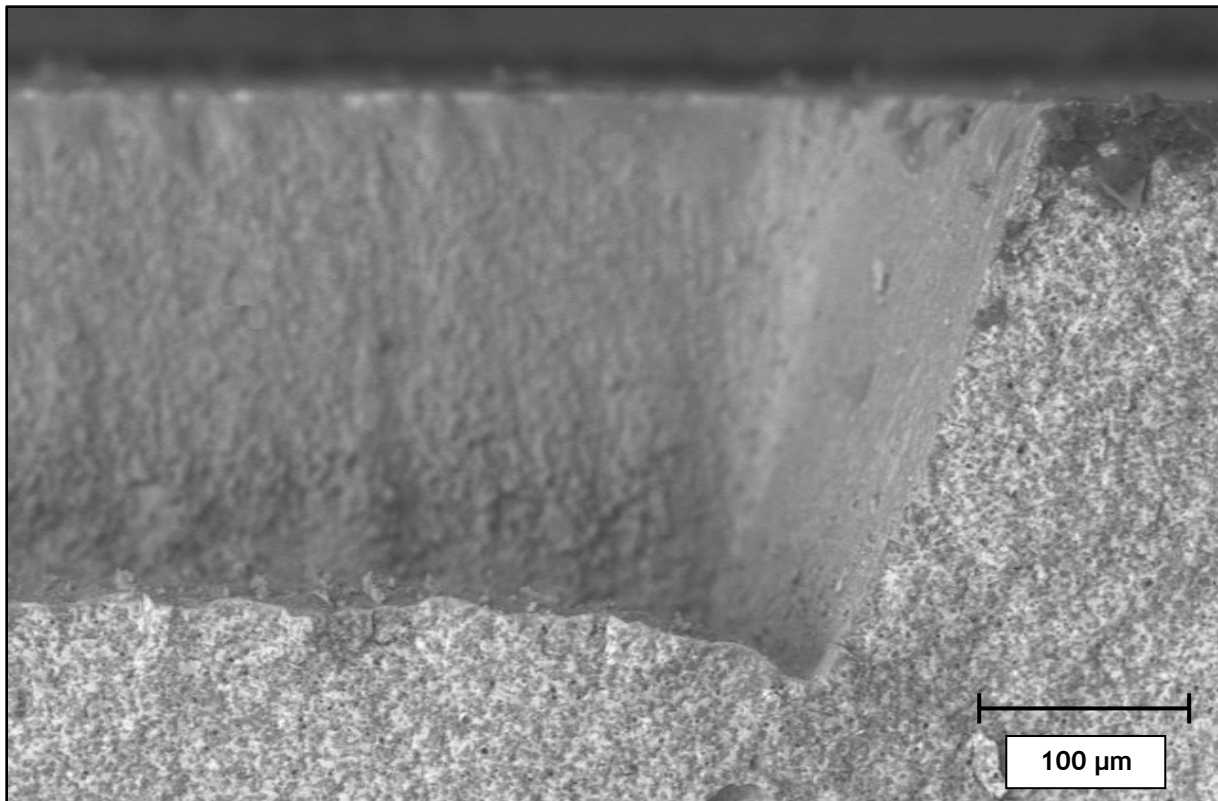


Abbildung 26 Querschnitt eines ausschließlich mit 1064 nm gefertigten Testfeldes (Matrix 2) ⁴⁷

Auch für diese Aufnahme wurde der Bildausschnitt so gewählt, dass der Rand des Testfeldes gezeigt wird. Im Hintergrund ist leicht unscharf die Rückwand des abgetragenen Volumens zu erkennen. Die Probe wurde relativ nah entlang der Testfeld-Begrenzung gebrochen.

Im Vordergrund ist deutlich erkennbar, dass sie bei diesem Bearbeitungs-Regime keine Schmelzschicht bildet. Das Material wurde ca. 250 μm tief abgetragen. Dabei weist der Grund der strukturierten Fläche verglichen mit dem Substratmaterial im rechten Teil des Bildes keine sichtbare Modifikation auf.

Die beiden Abbildungen bestätigen die Vermutung, dass die geringen Ablationstiefen bei der kombinierten Strukturierung in einer additiven Schmelzschicht begründet sind. Bei der ausschließlichen Bearbeitung mit 1064 nm kommt es lediglich zum Abtrag und nicht zur Modifikation des Grundmaterials.

Da die Menge der Pulverrückstände auf dem Substrat eine statistische Größe ist und äußeren Einflüssen, z. B. der Leistungsfähigkeit und Position der Absaugung, unterliegt, ist der Umschmelzeffekt schwer kalkulierbar. Um Abtragstiefen und Schmelzschichtdicken gezielt einstellen zu können, wäre eine Reinigung des Substrats nach der Infrarot-Strukturierung und das anschließende Aufbringen einer definierten Pulverschicht denkbar.

⁴⁷ aufgenommen am Laserinstitut Mittelsachsen e. V.

Für das Fertigen der Matrizen stellte diese Feststellung keine Einschränkung dar, die Parameter zur Bearbeitung mussten lediglich so angepasst werden, dass ausreichend tiefe Strukturen entstanden.

Diagramm 6 zeigt die Abtragstiefen der kombiniert bearbeiteten Matrix 22 in Abhängigkeit von der Laserleistung und der Anzahl an Überfahrten.

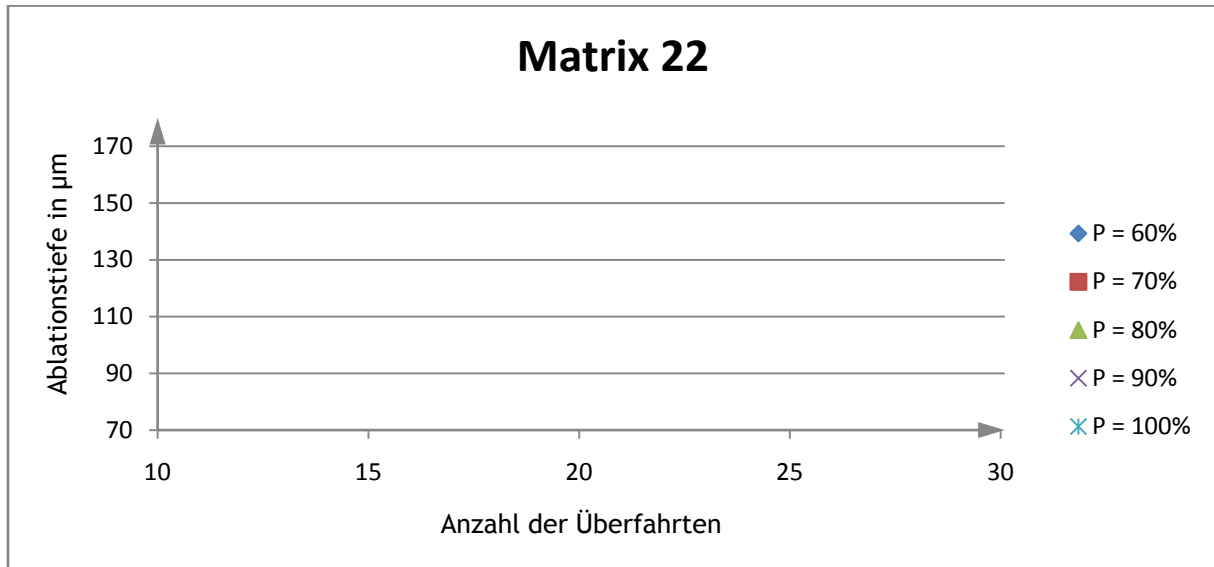


Diagramm 6 Abtragstiefen bei verschiedenen Leistungen

Wie bei den vorangegangenen Untersuchungen nahm die Ablationstiefe nahezu linear mit steigender Anzahl der Überfahrten zu. Der Einfluss der Leistung auf den Abtrag war ebenfalls signifikant.

Um die Qualität der erzeugten Oberflächen mit denen zu vergleichen, die jeweils mit nur einer Wellenlänge erzeugt wurden, war eine Messung der Rauigkeiten erforderlich. Dafür wurden die Oberflächen ausgewählter Felder von Matrix 21 und 22 mit Hilfe des Profilometers gemessen. Die Messwerte sind in Tabelle 27 zusammengefasst.

Matrix 21	1064 nm uf = 80 % n = 12 6,4 W			
	355 nm uf = 80 %			
Überfahrten	Leistung		R _a	R _z
Stück	%	W	µm	µm
28	60	3,8	0,7	4,1
28	70	5,2	0,4	2,6
28	80	6,5	0,5	3,2
28	90	8,0	0,5	3,0
28	100	9,3	0,6	3,3

Matrix 22	1064 nm uf = 80 % n = 18 6,4 W			
	355 nm uf = 80 %			
Überfahrten	Leistung		R _a	R _z
Stück	%	W	µm	µm
24	80	6,5	0,5	3,0
28	80	6,5	0,5	3,1
24	90	8,0	0,5	2,8
28	90	8,0	0,4	2,7
20	100	9,3	0,5	3,0
24	100	9,3	0,7	3,8
28	100	9,3	0,5	3,1

Tabelle 27 Rauigkeiten ausgewählter Flächen von Matrix 21 und 22

Die ausgewählten Flächen zeichneten sich durch sehr geringe Rauigkeiten aus. Aus den gemessenen Werten konnte kein signifikanter Einfluss der Anzahl der Überfahrten und der Laserleistung auf die Oberflächenqualität festgestellt werden.

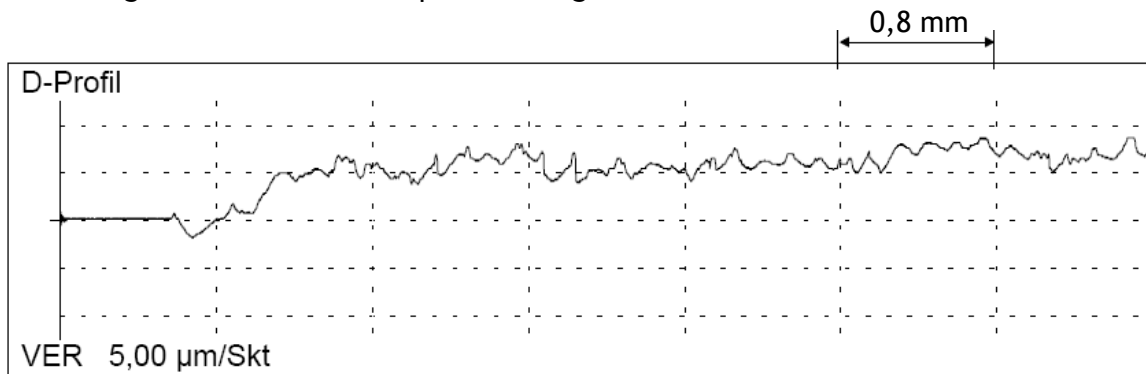


Abbildung 27 Oberflächenprofil der Matrix 22 bei 20 Überfahrten und 9,3 W

Das Oberflächenprofil eines Testfeldes der Matrix 22 ist in Abbildung 27 dargestellt. Die Rauigkeit der mit 20 Überfahrten und 9,3 W strukturierten Fläche ist sehr gering. Die Skalierung der Y-Achse erfolgt in Abhängigkeit der gemessenen Werte und ist bei dieser Messung mit 5 µm je Segment angegeben.

Um die Qualität dieser kombiniert bearbeiteten Oberflächen bewerten zu können, wurden die Rauigkeiten mit denen der Testfelder verglichen, die ausschließlich mit einer Wellenlänge bearbeitet wurden. Tabelle 28 zeigt die jeweiligen Mittelwerte der bei den Testfeldern gemessenen Rauigkeiten.

Vergleich der Rauigkeiten			
Wellenlänge	Testfeldmatrix	R _a in µm	R _z in µm
1064 nm	12	4,5	24,7
	13	1,7	9,4
355 nm	17	3,6	18,9
	18	0,7	4,0
1064 nm + 355 nm	21	0,5	3,2
	22	0,5	3,1
Substrat	/	0,7	4,4

Tabelle 28 Vergleich der Rauigkeiten bei Bearbeitung mit versch. Wellenlängen

Die Bearbeitung mit 1064 nm ermöglichte einen effizienten Abtrag, führte jedoch zu hohen Rauigkeiten. Die mit einem Pulsüberlapp von 80 % strukturierte Matrix 13 wies dabei bereits deutlich glattere Oberflächen auf, als die Felder der Matrix 12.

Beim Einsatz der ultravioletten Wellenlänge in Matrix 17 wurden mittlere Rauigkeiten erreicht. Durch die Bearbeitung mit höheren Laserleistungen konnte die Oberflächenqualität um ein Vielfaches verbessert werden, wie die Ergebnisse der Matrix 18 zeigen.

Die Kombination beider Wellenlängen bei der Strukturierung ergab Flächen mit sehr geringen Rauigkeiten. Das Ziel, effizient bei 1064 nm zu bearbeiten und anschließend eine Glättung bei 355 nm durchzuführen, wurde somit erreicht. Die Rauigkeiten der Testfeldmatrizen 21 und 22 lagen deutlich unter denen der zuvor erzeugten Flächen. Der Vergleich mit dem unbearbeiteten Substrat zeigte, dass die kombinierte Bearbeitung eine noch glattere Oberfläche ermöglicht. Die angegebene Rauigkeit des Ausgangsmaterials ist dabei ein Mittelwert aus fünf Einzelmessungen.

Diese Parameterkombinationen waren daher vielversprechend für den Einsatz zur Matrizenfertigung.

Herstellung von Matrizen mit der IR-UV-Kombination

Auf Grund der positiven Ergebnisse der Untersuchungen zur kombinierten Bearbeitung mit infraroter und ultravioletter Wellenlänge bot sich die Methode zur Matrizenherstellung an. Es wurden günstige Parameter aus den erzeugten Testfeldern ausgewählt und zur Strukturierung eingesetzt.

Für die ersten Versuche wurde das MOC-Design zuerst mit 1064 nm und anschließend mit der kürzeren Wellenlänge ins Material übertragen. Dabei ergab sich die Problematik, dass die zwei Strukturen nicht exakt deckungsgleich übereinander lagen. Zur Behebung des Problems erfolgte zunächst eine Offset-Korrektur, bei der die Mittelpunkte der beiden Scannersysteme so justiert wurden, dass sie übereinander lagen. Eine erneute Bearbeitung zeigte, dass die Strukturen nun mittig zentriert und dennoch nicht deckungsgleich waren. Das Messen der lateralen Strukturen ergab, dass das mit 355 nm erzeugte Fluidiksystem größer als die vorgegebenen 26 x 76 mm² war. Die Ursache dafür ist eine fehlerhafte Korrektur der Aberrationen des Optiksystems. Da eine Anpassung der Korrektur zur Zeit der Versuchsreihe nicht möglich war, war eine alternative Bearbeitungsmethode erforderlich. Um dennoch exakte Strukturen ohne Versatz erzeugen zu können, wurde das Design bei 1064 nm in das Substrat übertragen und anschließend eine flächige Bearbeitung mit 355 nm durchgeführt. Die bei der Strukturierung mit 1064 nm entstandenen Pulverrückstände sammelten sich hauptsächlich auf den bearbeiteten Flächen an. Auf den schmalen Stegen blieben kaum Partikel zurück. Das führt möglicherweise dazu, dass die ultraviolette Laserstrahlung beim vollständigen Scannen des Substrats an den unbearbeiteten Stegen eine Ablation bewirkt, während sie in den flächigen Bereichen von den Pulverresten absorbiert wird. Diese Theorie ließe für die Matrizenfertigung noch geringere Abtragstiefen erwarten, als in den Untersuchungen mit den Testfeldmatrizen festgestellt wurden. Zusätzlich zu dem additiven Sintereffekt verringert sich durch die UV-Bearbeitung der Stege beim ganzflächigen Scannen die effektive Abtragstiefe. In Abbildung 28 wird das Prinzip veranschaulicht.

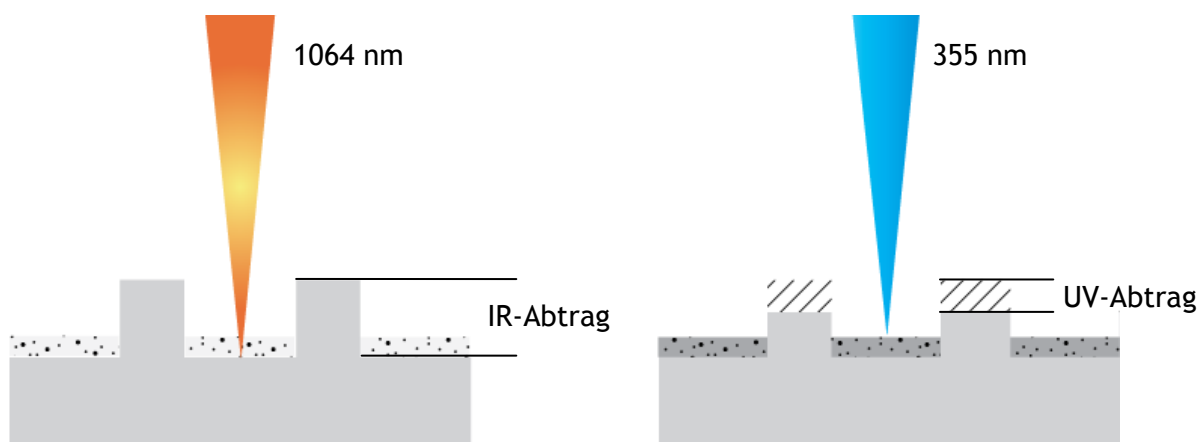


Abbildung 28 Schema des kombinierten Abtrags zur Matrizenherstellung

Die Strukturierung mit der infraroten Wellenlänge erfolgte bei der kombinierten Bearbeitung der Testfelder mit geringer Leistung und wenigen Überfahrten. Dabei betrug die maximal erreichte Ablationstiefe 175 µm und wurde in Matrix 22 bei 28 Überfahrten und voller Leistung mit 355 nm erreicht (siehe Tabelle 29).

Wellenlänge	Parameter		Testfeldmatrix 22
1064 nm	Pulsüberlapp	%	80
		µm	96
	Laserleistung	%	20
		W	6,4
	Überfahrten	Stück	18
355 nm	Pulsüberlapp	%	80
		µm	96
	Laserleistung	%	100
		W	9,3
	Überfahrten	Stück	28
maximal erreichte Abtragstiefe		µm	<u>175</u>

Tabelle 29 Parameter und maximale Abtragstiefe der Testfeldmatrix 22

Bei den Testfeldern wurde die Tiefe des Abtrags in Relation zur Substratoberfläche gemessen, bei den Matrizen hingegen wird die effektive Ablationstiefe durch die Höhe der Stege bestimmt.

Aus dieser Überlegung heraus wurden für die Fertigung der Matrizen die Parameter so gewählt, dass bei der infraroten Bearbeitung ausreichend tief strukturiert wird, um den anschließenden Abtrag bei 355 nm teilweise zu kompensieren.

Die verwendeten Parameterkombinationen für die Matrizen sind in Tabelle 30 aufgeführt.

Parameter zur Matrizenherstellung					
Wellenlänge	Parameter		Matrize 3	Matrize 4	Matrize 5
1064 nm	Frequenz	kHz	200	200	200
	Brennweite	mm	255	255	255
	Laserleistung	%	30	40	50
		W	9,5	12,4	15,4
	Pulsüberlapp	%	80	80	80
		µm	96	96	96
	Überfahrten	Stück	25	30	35
355 nm	Frequenz	kHz	200	200	200
	Brennweite	mm	250	250	250
	Pulsüberlapp	%	80	80	80
		µm	96	96	96
	Laserleistung	%	90	90	90
		W	8,0	8,0	8,0
	Überfahrten	Stück	28	30	30
Wellenlänge	Parameter		Matrize 6	Matrize 7	Matrize 8
1064 nm	Frequenz	kHz	200	200	200
	Brennweite	mm	255	255	255
	Laserleistung	%	70	80	100
		W	21,3	24,2	30,1
	Pulsüberlapp	%	80	80	80
		µm	96	96	96
	Überfahrten	Stück	35	40	40
355 nm	Frequenz	kHz	200	200	200
	Brennweite	mm	250	250	250
	Pulsüberlapp	%	80	80	80
		µm	96	96	96
	Laserleistung	%	90	80	100
		W	8,0	6,5	9,3
	Überfahrten	Stück	30	30	30

Tabelle 30 Parameterkombinationen zur Matrizenherstellung

Bei allen Matrizen wurde für die Bearbeitung mit infraroter und ultravioletter Wellenlänge der günstige Pulsüberlapp von 80 % gewählt. Die Substrate wurden bei 355 nm mit mindestens 6,5 W strukturiert, da sich in den bisherigen Untersuchungen für hohe Leistungen die geringsten Rauigkeiten ergaben.

Abbildung 29 zeigt die gefertigte Matrize 4. Der geringe optische Kontrast zwischen Fläche und Struktur ist in der ganzflächigen Bearbeitung des Substrates mit der ultravioletten Wellenlänge begründet. Die Matrizen 3 bis 8 unterschieden sich optisch lediglich durch die Steghöhe des Fluidikdesigns.

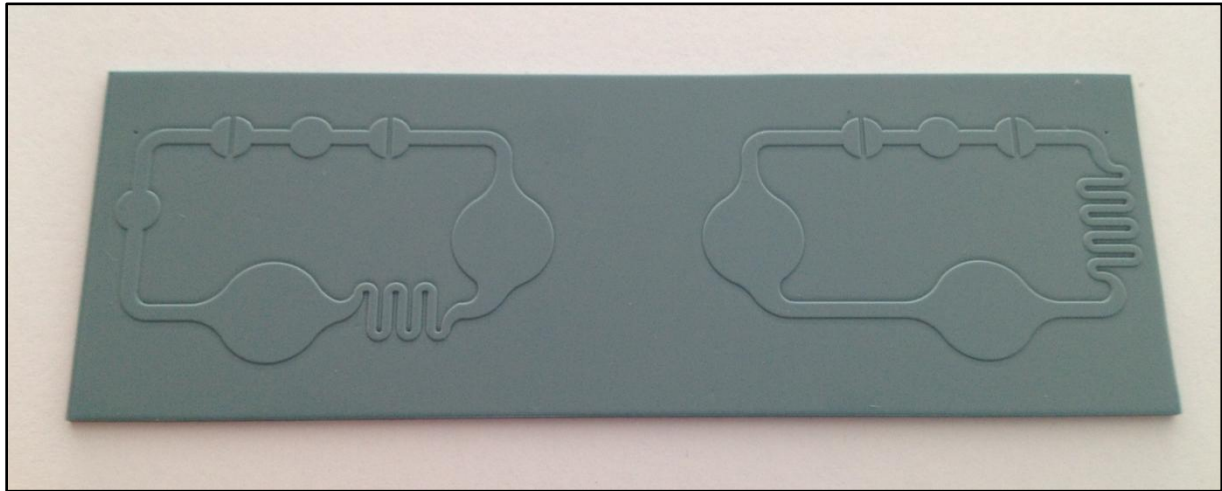


Abbildung 29 Mit 1064 und 355 nm strukturierte Matrize 4

Nach der Fertigung der Matrizen erfolgte jeweils die profilometrische Messung der Steghöhen und Rauigkeiten. Da die fluidische Struktur bei den ersten Matrizen nicht die optimale Höhe aufwies, wurden Leistung und Zahl der Überfahrten bei der Strukturierung mit infraroter Laserstrahlung von Matrize 3 bis 8 schrittweise erhöht. Auf diese Weise wurde ein tieferer Abtrag realisiert.

Tabelle 31 zeigt die Steghöhen und die Bearbeitungsdauer der einzelnen Matrizen. Zum Vergleich sind Matrix 1 und 2 aufgeführt, die in 6.1 ausschließlich mit 1064 nm strukturiert wurden.

Wellenlänge	Matrize	Dauer	Steghöhe
nm	Nr.	min	µm
1064	1	100	180
1064	2	90	110
1064 355	3	140	50
1064 355	4	170	60
1064 355	5	180	80
1064 355	6	180	85
1064 355	7	190	90
1064 355	8	190	105

Tabelle 31 Bearbeitungsdauer und Steghöhen

Der Zeitaufwand für die Herstellung der Matrizen hängt bei konstantem Pulsüberlapp maßgeblich von der Anzahl der Überfahrten ab. Da die infrarote Bearbeitung mit maximal 80 % der möglichen Leistung durchgeführt wurde, ist für eine Optimierung der Bearbeitungsdauer noch ein gewisser Spielraum. Bei 100 % könnten evtl. weniger Überfahrten ausreichen, um die gewünschte Steghöhe zu erreichen.

Die Oberflächen der strukturierten Matrizen erwiesen sich bei der qualitativen Beurteilung mit Hilfe des Lichtmikroskops als sehr glatt. Zur Quantifizierung dieser Einschätzung wurden die Substrate mit dem Profilometer vermessen. Die Mittelwerte der jeweils fünf gemessenen Rauigkeiten sind in Tabelle 32 zusammengefasst. Zum Vergleich sind ebenfalls die Mittelwerte der gemessenen Testfelder aus Matrix 21 und 22 aufgeführt.

Matrize	R_a	R_z
Nr.	µm	µm
1	2,7	14,9
2	3,0	19,0
3	1,0	6,7
4	0,8	6,4
5	1,0	7,3
6	0,8	7,7
7	0,8	7,1
8	1,0	7,1
Matrix	R_a	R_z
Nr.	µm	µm
21	0,5	3,2
22	0,5	3,1
Substrat	R_a in µm	R_z in µm
Mittelwert	0,7	4,4

Tabelle 32 Rauigkeiten der Matrizen

Die Rauigkeiten der kombiniert bearbeiteten Matrizen sind wesentlich geringer als die ausschließlich mit infraroter Strahlung strukturierten. Dennoch sind die Messwerte der Matrizen etwa doppelt so hoch, wie die der Testfelder aus Matrix 21 und 22.

Die Oberflächen der Matrizen waren zudem weniger stark glänzend. Die Ursache dafür sind möglicherweise die Abmaße der Substrate. Mit 76 x 26 mm² sind die Abformmatrizen wesentlich größer als die quadratischen Testfelder mit fünf Millimetern Kantenlänge der Matrix 21 und 22. Abbildung 30 verdeutlicht, dass wesentlich mehr Zeit vergeht bis der Laserstrahl erneut an einem definierten Punkt der Keramik ankommt. Dadurch wird weniger Energie pro Zeit an dieser Stelle eingebracht. Die materialspezifische Wärmeleitung ist jedoch bei beiden Flächen gleich groß. Die Wahrscheinlichkeit einer Wärmeakkumulation ist somit bei den Matrizen geringer, als bei den kleinen Testfeldern. Darin könnten die stärkere Verglasung und die geringere Rauigkeit der kleineren Flächen begründet sein. In der Grafik wurde die Größenrelation der beiden Flächen beibehalten.

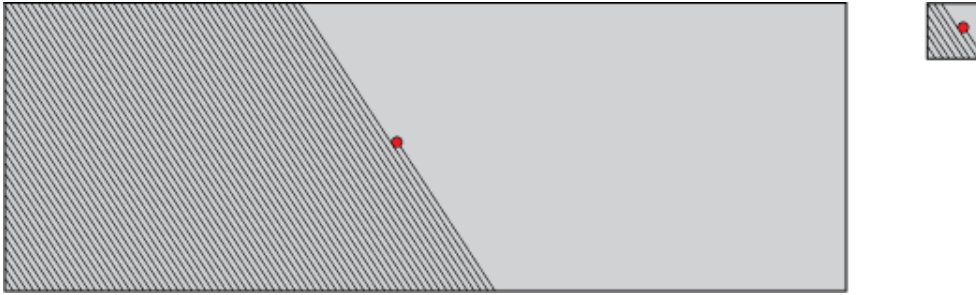


Abbildung 30 Veranschaulichung der Größenverhältnisse von Matrize und Testfeld

Die Rauigkeit der Matrizen war damit auch schlechter, als die der unbearbeiteten Keramik. Dennoch war die Oberflächenqualität hoch genug, um gute Abformergebnisse erwarten zu lassen.

Abformtest mit den strukturierten Matrizen

Da die Prämisse der Arbeit das Herstellen funktionierender Matrizen ist, wurden Abformtests mit den strukturierten Substraten durchgeführt. Die Rauigkeit der mit der kombinierten Bearbeitungsmethode erzeugten Fluidik-Bauteile unterschied sich nur geringfügig, so dass die Abform-Ergebnisse aller Matrizen vergleichbar waren. Die Matrizen 3 und 4 besaßen nicht die geforderte Abtragstiefe von mindestens 80 µm, für das Prüfen der Funktionalität waren sie dennoch geeignet.

Die Abformung erfolgte dabei wie in 5.1 beschrieben für alle Substrate analog. Matrize 3 wurde ohne weitere Vorbehandlung abgeformt. Dabei hielt die Form während des Vernetzungsprozesses stand. Trotz der geringen Rauigkeiten war die Haftung zwischen Polymer und Keramik so stark, dass die Matrize beim Ablösen zerbrach.

Die Rauigkeit der strukturierten Substrate wurde im Rahmen der Untersuchungen stark verringert und die mit 1064 und 355 nm bearbeiteten Testfelder wiesen glattere Oberflächen als das unbearbeitete Material auf. Da das Potential der Optimierung über eine weitere Verringerung der Rauigkeit gering war, wurden alternative Methoden zur Funktionalitätssicherung untersucht.

Die bisherigen Erkenntnisse lassen sich wie folgt zusammenfassen:

- die mikrofluidischen Strukturen der Matrizen lassen sich präzise in das Polymer übertragen,
- die PDMS-Chips besitzen ausreichend kleine Rauigkeiten, um sich auf ein Glassubstrat bonden zu lassen, ohne dass parasitäre Kapillaritäten entstehen oder der Objektträger durch Spannungen bricht,
- die Zerstörung der Matrizen beruht auf der starken Haftung des Polymers und schränkt die Funktionalität des Verfahrens ein.

Um das zerstörungsfreie Ablösen der mikrofluidischen Bauteile von der strukturierten Keramik zu ermöglichen, muss die Haftung verringert werden. Aus diesem Grund wurden verschiedene Methoden der Vorbehandlung untersucht.

6.3 Erarbeitung verschiedener Methoden zur Nachbehandlung der Matrizen

Um die Haftung zwischen Polymer und Keramik zu verringern, wurden verschiedene Varianten von Anti-Haft-Schichten untersucht.

Matrize 4 wurde mit einer SiO_2 -Schicht versehen und anschließend silanisiert. Dennoch konnte das Polymer nach dem Aushärten nicht abgelöst werden, ohne die Form zu zerstören. Der PDMS-Chip ließ sich anschließend auf ein Glassubstrat bonden.

Vor der Abformung wurde Matrize 5 mit einem Universalöl besprüht. Das Polymer löste sich sehr gut von der Keramik, scheinbar wurde jedoch der Vernetzungsprozess durch das Öl beeinträchtigt. Das PDMS war lokal nicht vollständig vernetzt und die Strukturen konnten nicht so präzise übertragen werden, wie bei den vorangegangenen Untersuchungen. Das abgeformte Polymer ist in Abbildung 31 gezeigt. Es ergaben sich auch bei der Weiterverarbeitung Probleme, da sich der Polymer-Chip nicht auf den Objektträger bonden ließ. Trotz der vorherigen Reinigung mit Isopropanol konnten scheinbar nicht alle Rückstände des Öls entfernt werden.



Abbildung 31 Von Matrize 5 abgeformter PDMS-Chip mit Bereichen schlechter Vernetzung

Matrize 6 wurde mit einer $0,6\ \mu\text{m}$ dicken Titannitrid-Schicht bedampft (siehe Abbildung 32). Mit dieser Anti-Haft-Schicht ließ sich die mikrofluidische Struktur gut abformen. Die Haftung des Polymers an der Keramik war zwar weniger stark als bei den unbehandelten Matrizen, das Ablösen konnte dennoch nicht zerstörungsfrei realisiert werden.

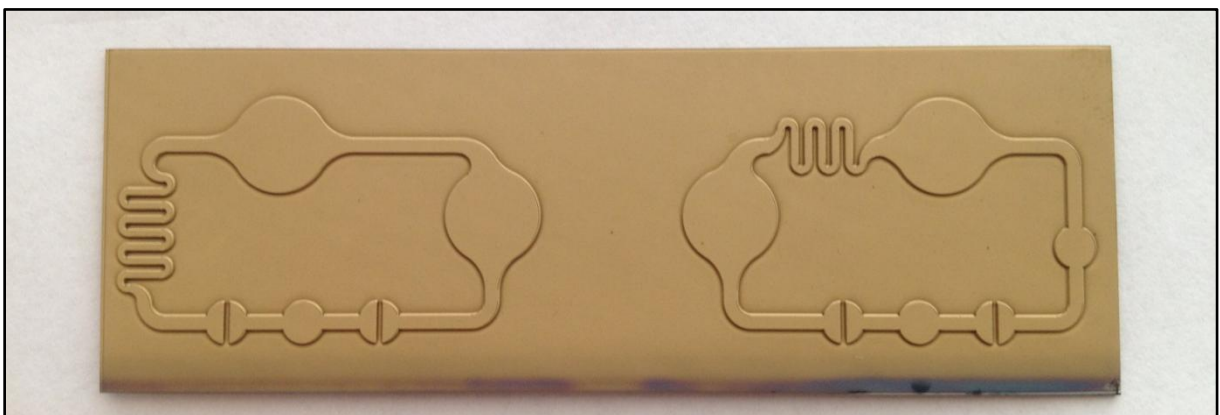


Abbildung 32 Matrize 6 mit TiN-Beschichtung

Da sowohl die Herstellung der Matrizen als auch deren Beschichtung mit verschiedenen Materialien sehr zeitaufwendig ist, wurde die Eignung verschiedener Anti-Haft-Schichten alternativ geprüft. Dazu wurden beschichtete Proben aus anderen Untersuchungen verwendet und jeweils mit einem Tropfen flüssigem PDMS versehen. Nach dem Aushärten wurde das Polymer mit Hilfe einer Pinzette manuell von den Substraten gelöst und eine subjektive Einschätzung zum Ablösevorgang notiert.

Dieser Test ergab, dass sich das PDMS von allen Beschichtungen gut bis sehr gut ablösen ließ. Bei keinem Material war die Haftung so stark, dass eine Zerstörung einer Abformmatrize bei dieser Beschichtung zu erwarten wäre.

Da sich bei der Beschichtung die Struktur des Substrates auf das aufgebraute Material überträgt, ist die Oberflächenbeschaffenheit der Proben von Bedeutung. Aus diesem Grund wurde deren Rauigkeit mit dem Profilometer gemessen. Die Ergebnisse sind in Tabelle 33 zusammengefasst.

Schichtmaterial	Ablösbarkeit	Ra in μm	Rz in μm
20 AlCnN	sehr gut	0,2	1,6
TiN	sehr gut	0,2	1,5
350 AuCrN	sehr gut	0,4	2,0
Ti+NiCr	gut	2,7	16,5
CrTiSiN	gut	0,5	4,1
AlxOy	sehr gut	0,1	0,5
AlCrSiN	gut	0,8	5,3
NiVN	gut	0,9	6,0
CrN	sehr gut	0,4	2,4
AlCrSiN	sehr gut	1,0	7,3

Tabelle 33 Übersicht der Ablösbarkeit und Rauigkeiten des Tropfentests

Die Messwerte zeigen, dass die Proben, deren Ablöseverhalten als sehr gut bewertet wurde, die geringsten Rauigkeiten aufweisen. Das PDMS ließ sich auch von der Probe mit der rausten Oberfläche gut ablösen. Im Vergleich zu dem Substrat mit der Ti+NiCr-Beschichtung sind die strukturierten Master deutlich glatter. Matrize 7 wurde mit der gleichen Ti+NiCr-Zusammensetzung beschichtet, wie die untersuchte Probe (siehe Abbildung 33).

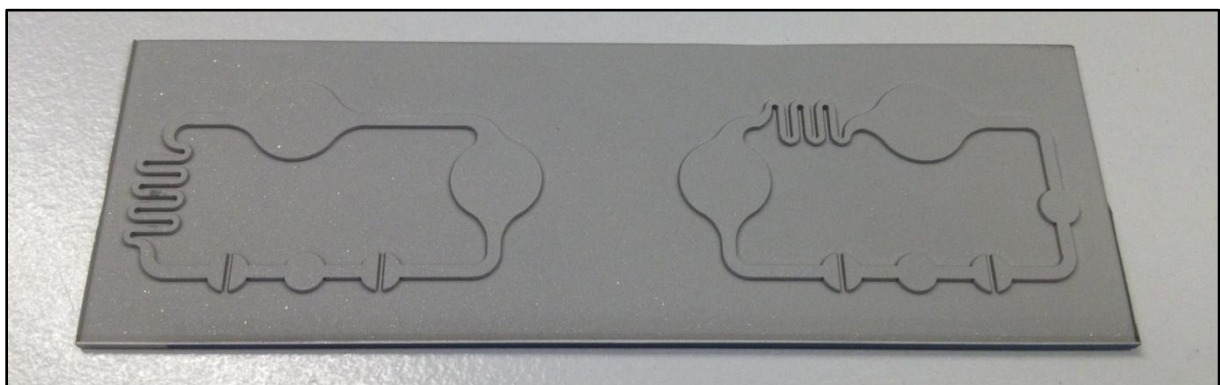


Abbildung 33 Matrize 7 mit Ti+NiCr-Beschichtung

Vor der Abformung wurde der Tropfentest mit der beschichteten Matrize durchgeführt, wie in Abbildung 34 veranschaulicht.



Abbildung 34 Beschichtete Matrize 7 mit PDMS-Tropfen

Das ausgehärtete Polymer löste sich gut von der beschichteten Matrize ab. Auf diese Weise konnte untersucht werden, ob die Problematik des Ablösens möglicherweise in der Konstruktion der Gießvorrichtung begründet ist. Bei der anschließenden Abformung ließ sich das MOC-Design gut auf das Polymer übertragen. Die Haftung des PDMS-Chips war geringer als bei unbeschichteten Keramiksubstraten, dennoch konnte er nicht abgelöst werden, ohne die Matrize 7 zu zerbrechen. Der Fluidik-Chip ließ sich anschließend bonden.

Das Ergebnis dieser Untersuchung legt den Schluss nahe, dass die Abformeinrichtung Mängel aufweist. Bei dem Tropfentest wurde das Polymer mit der Pinzette so seitlich vom Substrat abgezogen, dass hauptsächlich Scherkräfte wirkten. Die Matrizen hingegen werden für die Abformungen in der starren Kalotte eingeklebt und das Gegenstück, die Channel-Plate, ist ebenfalls unflexibel. Nach dem Aushärten werden beide Teile auseinander gezogen, so dass das PDMS und die anhaftende Matrize auf Zug belastet werden. Dadurch sind wesentlich höhere Kräfte erforderlich, um das Polymer abzulösen, als beim seitlichen Abziehen. Eine konstruktive Überarbeitung der Vorrichtung könnte sich positiv auswirken.

Da mit den aufgedampften Schichten kein zerstörungsfreies Ablösen möglich war, wurde die Matrize 8 vor der Abformung mit einem dünnen Film Spülmittel überzogen. Mit dieser Methode ließ sich das Polymer, ähnlich wie bei der Beschichtung mit Öl, sehr gut von der Keramik ablösen. Die Matrize blieb dabei unbeschädigt. Durch die Wasserlöslichkeit des Spülmittels konnte der PDMS-Chip gute von den Rückständen gereinigt und anschließend gebondet werden. Auf Grund seiner niedrigen Rauigkeiten konnte das Polymer dauerhaft fest mit dem Glassubstrat gefügt werden, ohne dass dieses durch induzierte, mechanische Spannungen brach. Das System aus Channel-Plate, Polymer-Chip und gebondetem Objektträger ist in Abbildung 35 dargestellt.



Abbildung 35 Von Matrize 8 abgeformter PDMS-Chip auf Channel-Plate und mit Glassubstrat gedeckelt

In Tabelle 34 sind die Ergebnisse aller abgeformten Matrizen in einer Übersicht zusammengefasst. Die einzige unter allen Aspekten erfolgreiche Methode war die Beschichtung mit Spülmittel.

Matrize	Abformbarkeit	Zerstörungsfreie Ablösbarkeit	Bondbarkeit	Zusatzbehandlung
1	ja	nein	nein	nein
2	ja	nein	nein	nein
3	ja	nein	ja	nein
4	ja	nein	ja	SiO ₂ -Beschichtung + Silanisierung
5	nicht optimal	ja	nein	Ballistol-Spray, Universalöl
6	ja	nein	ja	TiN-Beschichtung
7	ja	nein	ja	Ti+NiCr-Beschichtung
8	ja	ja	ja	Spülmittel

Tabelle 34 Übersicht der Matrizen und ihrer Funktionalität

Zusammenfassung der Nachbehandlungsmethoden

Es wurden verschiedene Methoden untersucht, um ein zerstörungsfreies Ablösen des Polymer-Chips von der Matrize zu ermöglichen. Das exakte Übertragen der Strukturen bei der Abformung und die Bondbarkeit des mikrofluidischen Bauteils waren ebenfalls erforderliche Kriterien.

Die verschiedenen Varianten der Beschichtung verringerten zwar die Haftung zwischen Polymer und Keramik, führten aber dennoch zum Bruch der Matrize beim Ablösen.

Günstige Ergebnisse hinsichtlich der Ablösbarkeit lieferten die Versuche mit einem Trennmittel. Dabei wirkte sich der Einsatz des Öls negativ bei der Übertragung der Strukturen aus, da das PDMS nicht vollständig und gleichmäßig aushärtete. Das Bonden des Fluidik-Chips auf ein Glassubstrat war nicht möglich. Bei der Verwendung des Spülmittels konnten die mikrofluidischen Strukturen präzise auf das Polymer übertragen werden. Der Vernetzungsprozess wurde durch das Trennmittel nicht beeinträchtigt. Die gute Wasserlöslichkeit ermöglichte ein rückstandsloses Entfernen des Spülmittels von dem PDMS, so dass der Chip erfolgreich gebondet werden konnte.

7 Zusammenfassung und Ausblick

Zusammenfassung der Untersuchungen

Die Zielstellung der Arbeit war es, eine Werkstoff-Werkzeug-Kombination zu ermitteln, die das präzise, flexible und schnelle Fertigen von Abformmatrizen für mikrofluidische LOC-Anwendungen erlaubt. Da diese möglichst vielen Replikationen Stand halten sollen, ergaben sich besondere Anforderungen an das Material für die Formherstellung. Keramiken boten sich auf Grund ihrer günstigen Eigenschaften als Werkstoff für die Matrizen an. Neben hoher Stabilität, Verschleißfestigkeit und Härte zeichnen sie sich durch thermische und chemische Beständigkeit und eine gute Biokompatibilität aus. Als Substratmaterial wurde daher eine spezielle Keramik ausgewählt. Diese hauptsächlich aus Aluminiumdioxid bestehende Low Temperature Co-fired Ceramic (LTCC) ist ein Schichtwerkstoff, der in der Herstellung durch Beschichtungen und Strukturierung für spezielle Anwendungen angepasst werden kann.

Der Vorteil der Härte der LTCC erweist sich bei der Bearbeitung dieses Werkstoffs als Herausforderung: Die konventionellen Methoden der Matrizenfertigung wie Photolithographie, Zerspanen oder Mikroerodieren eignen sich nicht zur Formgebung. Aus diesem Grund wurde ein Ultrakurzpulslaser mit 1064 nm Wellenlänge für eine effektive Strukturierung eingesetzt. Eine Frequenzverdreifung ermöglichte zudem die Verwendung ultravioletter Laserstrahlung mit 355 nm Wellenlänge. Durch die kurze Pulsdauer von wenigen Pikosekunden erlaubt der Laser einen präzisen Materialabtrag bei hohen Intensitäten. Da die fokussierte Strahlung über galvanometrisch betriebene Scannerspiegel auf dem Substrat ausgelenkt wird, ist keine Maske für dieses Verfahren erforderlich. Das ermöglicht eine schnelle und flexible Anpassung des mikrofluidischen Designs.

Im Rahmen der Untersuchungen wurde der Einfluss der Vielzahl verschiedener Parameter bei der Laserbearbeitung ermittelt. Da der Materialabtrag maßgeblich von der eingetragenen Energie abhängt, wurden zunächst Laserleistung, Scangeschwindigkeit und Zahl der Überfahrten variiert. Die Bewertung und Quantifizierung der Ergebnisse erfolgte mit Hilfe eines Tastschnittgeräts zur Messung der Rauigkeit und verschiedenen Mikroskopen. Auf diese Weise konnten die vielversprechendsten Parameterkombinationen zur Fertigung der ersten Matrizen genutzt werden. Die Maßgabe der Funktionalität dieser Formen erforderte eine Überprüfung durch Abformtests und anschließendes Bonden der Replikation. Die Rauigkeit dieser ersten Matrizen war zu hoch, so dass das abgeformte Polymer stark an der Keramik haftete. Das Ablösen war nur unter Zerstörung der Form möglich. Die durch die Matrize übertragene Textur der Oberfläche des PDMS bewirkte beim anschließenden Bonden starke mechanische Spannungen, die zum Bruch des deckelnden Glassubstrats führten. Diese Ergebnisse erforderten eine Anpassung des Verfahrens, um die Rauigkeiten der strukturierten Flächen zu reduzieren.

Im zweiten Teil der Untersuchungen wurde daher der Einfluss des Pulsüberlapps auf die Oberfläche ermittelt. Bei beiden untersuchten Wellenlängen ergab sich die jeweils minimale Rauigkeit bei einem Pulsüberlapp von 80 %. Die Bearbeitung mit der Grundwellenlänge von 1064 nm ergab hohe Abtragsraten und präzise Strukturen bei mittleren Rauigkeiten. Der Einsatz der ultravioletten Wellenlänge ermöglichte das Erzeugen sehr glatter Flächen, allerdings bei geringer Ablation. Um Effizienz und hohe Oberflächenqualitäten zu kombinieren, wurden die Testfelder daher mit 1064 nm strukturiert und anschließend mit 355 nm geglättet. Mit dieser Methode wurden geringere Rauigkeiten als die des unbearbeiteten Substrats erreicht.

Mit den auf diese Weise gefertigten Matrizen konnte das Polymer abgeformt und auf ein Glassubstrat gebondet werden. Trotz der geringeren Rauigkeit war die Haftung des PDMS an der Keramik so stark, dass diese beim Ablösen des Fluidik-Chips brach. Da eine weitere Reduzierung der Rauigkeit weniger vielversprechend war, wurden verschiedene Nachbehandlungsmethoden untersucht. Die drei getesteten Varianten von Anti-Haft-Beschichtungen bewirkten nur eine geringfügige Verbesserung. Bei einem Test wurde je ein Tropfen PDMS auf verschiedene Materialien aufgebracht und anschließend manuell abgezogen wurde. Diese Untersuchung ergab, dass das Polymer von allen Materialien, einschließlich der strukturierten LTCC, gut ablösbar war und die Haftung somit kein materialspezifisches Problem war. Dieses Ergebnis ließ den Schluss zu, dass die Abformeinrichtung konstruktiv überarbeitet werden sollte.

Eine Nachbehandlung der Matrizen mit zwei verschiedenen Trennmitteln, Universalöl und Spülmittel, ermöglichte das zerstörungsfreie Ablösen des gehärteten Polymers. Das Öl wirkte sich jedoch negativ auf die Strukturübertragung aus, da das PDMS nicht homogen vernetzte. Der Fluidik-Chip konnte nicht auf das Glassubstrat gebondet werden.

Die dünne Schicht Spülmittel auf der Matrize ermöglichte eine präzise Übertragung der Strukturen und beeinträchtigte den Vernetzungsprozess nicht. Das Trennmittel ließ sich rückstandslos von dem Polymer entfernen, so dass dieses erfolgreich mit dem Objektträger gedeckelt werden konnte.

Das Ziel der Arbeit, eine Werkstoff-Werkzeug-Kombination zu ermitteln, die das schnelle, präzise und flexible Fertigen von funktionalen Abformmatrizen ermöglicht, wurde erreicht. Mit der entwickelten Methode aus kombinierter Laserstrukturierung mit verschiedenen Wellenlängen zum Abtragen und Glätten und der anschließenden Nachbehandlung der Matrizen mit Spülmittel können variable Mikrofluidikdesigns effizient umgesetzt werden. Das Verfahren birgt somit großes Potential für die Herstellung von Formwerkzeugen für Lab-on-a-Chip-Anwendungen. Insbesondere bei geringen Stückzahlen, z. B. im Bereich der Forschung und Entwicklung, bietet sich die Strukturierung mit Ultrakurzpulslaser an.

Ausblick

Durch weitere Untersuchungen kann das Potential dieser Werkstoff-Werkzeug-Kombination noch erhöht werden.

Die geringe Rauigkeit bei der Bearbeitung mit beiden Wellenlängen ist durch das Umschmelzen der Pulverrückstände zu einer glatten Oberfläche begründet. Da die Menge und Verteilung der Pulverschicht statistischen Einflüssen unterliegt, ist das Verfahren begrenzt kontrollierbar. Das Reinigen der Substrate nach der Infrarot-Strukturierung und das anschließende Aufbringen einer definierten Pulverschicht könnte diese Problematik lösen.

Weiterhin wurde ermittelt, dass die Verglasung der Oberfläche bei Flächen mit geringerer Ausdehnung bevorzugt auftritt, da bei vielen Überfahrten eher eine Wärmeakkumulation erreicht wird. Bei der Matrizenfertigung weist das Substrat eine wesentlich größere Fläche auf, dadurch wird der Effekt der Verglasung verringert. Ein möglicher Lösungsansatz wäre beim Glättungsprozess kleinere Felder nacheinander zu scannen und die Gesamtfläche so aus vielen Segmenten zusammen zu setzen. Diese Methode birgt jedoch die Gefahr von Inhomogenitäten im Bereich der Stoßkanten der Einzelfelder.

Eine entscheidende Verbesserung könnte eine Anpassung der Gießvorrichtung beim Abformen bewirken. Die Matrizen werden in eine starre Kalotte eingeklebt und mit der ebenfalls unflexiblen Chanel-Plate gedeckelt. Das Polymer wird seitlich eingespritzt, und nach dem Aushärten werden Kalotte und Anschlussplatte senkrecht auseinander gezogen. Da die Scherkräfte beim seitlichen Ablösen deutlich geringer als die erforderlichen Zugkräfte sind, könnte eine Veränderung des Prinzips die Matrizen schonen. Denkbar wäre, an geeigneten Stellen der Matrize und der Kalotte Löcher zu strukturieren, die während der Vernetzung des PDMS mit Stiften verschlossen sind. Nach der Entfernung der Stifte kann das Ablösen durch einen geringen Überdruck von der Rückseite erleichtert werden.

Neben einer Optimierung der verwendeten Werkstoff-Werkzeug-Kombinationen könnte das Verfahren auch an alternativen Keramiken untersucht werden. So könnten sich spezifische Materialeigenschaften, wie eine geringe Thermoschockempfindlichkeit oder ein hoher Anteil an Netzwerkbildner, positiv auswirken.

Mit den im Ausblick vorgeschlagenen Änderungen besteht die Möglichkeit, die Tauglichkeit des entwickelten Verfahrens noch zu verbessern. Die Strukturierung von LTCC mit einem Ultrakurzpulslaser zur Herstellung von Abformmatrizen war erfolgreich und ermöglicht so die Fertigung von LOC-Systemen für vielfältige Anwendungen.

Literaturverzeichnis

- [1] SONNTAG, Frank: „Mikrofluidkonzepte zur Sensitivitätssteigerung von Lab-on-a-Chip-Systemen“, Dissertation, Fraunhofer IWS, 2010
- [2] WINKLER, Andreas: Dissertation, Technische Universität Dresden, 2011
- [3] URL: <<http://www.vde.com/de/fg/DGBMT/Aktuelles/Seiten/Lab-on-a-Chip-Foundry.aspx>> Stand: 13.07.2012
- [4] KEMPE, Lisa: ComPaMed - Megatrend Miniaturisierung, Ärzteblatt 2004
- [5] AMBERG, Martin: „Optische Mikrosysteme und Bauelemente für die Optofluidik“, Dissertation, Technische Universität Ilmenau, 2010
- [6] MEYER, Uwe: Lithographie und LIGA, FH Jena
- [7] EBERHARDT, Philipp: „Entwicklung eines mikrofluidischen Systems zur Handhabung von Magnetpartikeln“, Dissertation, Universität Karlsruhe, 2008
- [8] MEYER, Uwe: Lithographie und LIGA, FH Jena
- [9] ZENGERLE, Roland: Mikrosystemtechnik 1, Vorlesungsreihe, Albert-Ludwigs-Universität Freiburg,
- [10] URL: <http://www.ltf-gmbh.com/produkte/lab_on_chip_strukturierung.html>, Stand: 16.08.2012
- [11] URL: <www.wikipedia.org/wiki/fräsen>, Stand: 23.08.2012
- [12] FISCHER, Ulrich: „Fachkunde Metall“, 53. Auflage, 1999, Verlag Europa-Lehrmittel
- [13] FRÖMMER, Gerald; BERGNER, Oliver; DAMBACHER, Michael; GRESENS, Thomas; KRETZSCHMAR, Ralf; LOHR, Jürgen; MORGNER, Dietmar; STEINMÜLLER, Armin; WIENEKE, Falko: „Zerspantechnik Fachbildung“, 1. Auflage 2000, Verlag Europa-Lehrmittel
- [14] PFLEGING, Wilhelm: „Laserdurchstrahlschweißen von transparenten Kunststoffen“, inno: Innovative Technik - neue Anwendungen, IVAM - Fachverband für Mikrotechnik, vol.39, 13. Jahrgang, April 2008
- [15] PFLEGING, Wilhelm; SCHALLER, T.: „Mikromaterialbearbeitung durch spanabhebende und lasergestützte Verfahren“, Nachrichten - Forschungszentrum Karlsruhe, S. 210 - 220, Jahrgang (34) 2-3, 2002
- [16] PFLEGING, Wilhelm; LORENZ, J.; SCHIERJOTT, Phillip: „Lasergestützte Prozesse für Polymerwerkstoffe in der Mikro- und Nanotechnik - Strukturierung, Modifizierung und Verbindungstechnik“, GMM Fachbericht 53, „Technologien und Werkstoffe der Mikro- und Nanotechnik“, VDE Verlag Berlin, Offenbach, 2007
- [17] PETROVA-BELOVA, Ludmila: „Mehrlagige mikrofluidische Systeme aus Polymeren zur zweidimensionalen Kapillarelektrophorese“ Dissertation, Karlsruher Institut für Technologie (KIT), 2010

- [18] SUTER Kunststoffe AG, J.: Technisches Datenblatt Sylgard 184
- [19] HECKELE, Mathias; SCHOMBURG, W. K.: "Review on micro molding of thermoplastic polymers", Journal of Micromechanics and Microengineering, vol. 14, S. R1 - R14, 2004
- [20] WORGULL, Matthias: „Analyse des Mikroheißprägeverfahrens“, Dissertation, Institut für Mikrostrukturtechnik, Forschungszentrum (FZK) und Universität Karlsruhe (TH), FZKA 6922, 2003
- [21] GUBER, A. E.; HECKELE, M.; HERRMANN, D.; MUSLIJA, A.; SAILE, V.; EICHHORN, L.; GIETZELT, T.; HOFFMANN, W.; HAUSER, P. C.; TANYANYIWA, J.; GERLACH, A., GOTTSCHLICH, N.; KNEBEL, G.: „Microfluidic lab-on-a-chip systems based on polymers - fabrication and application“, Chemical Engineering Journal, vol. 101, S. 447 - 453, 2004
- [22] GOTTSCHLICH, N.; JEHLE, H.: „Kunststoffe für Microarrays und Mikrofluidik“, Greiner Bio-One GmbH, Labor Praxis, 2004
- [23] LÄNGE, Kerstin: Karlsruher Institut für Technologie, IMT
- [24] URL: < <http://www.medbt.tu-berlin.de/menue/neuigkeiten/>>, Stand: 16.08.2012
- [25] SONNTAG, Frank; SCHMIEDER, Stefan: Fraunhofer IWS, Arbeitsgruppe Mikrobearbeitung, 2012
- [26] BOGDANSKI, Denise: „Untersuchungen zur Biokompatibilität und Biofunktionalität von Implantatmaterialien am Beispiel von Nickel-Titan-Formgedächtnislegierungen“, Dissertation, Ruhr-Universität Bochum, 2005
- [27] BERGMANN, Wolfgang: Werkstofftechnik 1, Hanser Verlag, 2008
- [28] URL: <http://www.ltf-gmbh.com/produkte/lab_on_chip.html>, Stand: 16.08.2012
- [29] URL: < http://www.ltcc-consulting.com/LTCC_technology>, Stand: 11.07.2012
- [30] URL: <http://de.wikipedia.org/wiki/Low_Temperature_Cofired_Ceramics>, Stand: 11.07.2012
- [31] URL: < <http://de.wikipedia.org/wiki/Zwei-Photonen-Absorption>> Stand: 23.07.2012
- [32] GRONENBORN, Stefan: Frequenzkonversion, Seminarvortrag, Universität Bonn, 2006
- [33] SCHMIDT-SANDTE, Tillmann: „Laserstrahlbasierte Entgratverfahren für Feinwerktechnische Anwendungen“, Dissertation, Technische Universität Braunschweig, 2002
- [34] GILLNER, Arnold: „Microstructuring with Nd:YAG-Lasers“, Erlangen, 1997
- [35] LÄSSIGER, Bernd: Dissertation, Technische Hochschule Aachen, 1994
- [36] LÖSCHNER, Udo: Strahldiagnose, Vorlesungsreihe, Hochschule Mittweida, 2011
- [37] URL: < <http://de.wikipedia.org/wiki/Pulslaser#Messung>> Stand: 12.07.2012

- [38] ROTH, Jan: „Funktionalisierung von Silikonoberflächen“, Dissertation, Technische Universität Dresden, 2009
- [39] KALKOWSKI, Gerhard: “Silikatisches und direktes Bonden”, Fraunhofer IOF, 2011
- [40] URL: <<http://www.plasma.de/de/lexikon/lexikon-eintrag-1670.html>>, Stand: 10.07.2012
- [41] EXNER, Horst: Begleitheft zur Vorlesung „Lasermaterialbearbeitung“, Hochschule Mittweida, 2009
- [42] PAUKSCH, E.; HOLSTEN, S.; LINß, M.; TIKAL, F.: „Zerspantechnik. Prozesse. Werkzeuge. Technologie“, 12. Auflage, Vieweg+Teubner, Wiesbaden 2008, S. 183

Erklärung

Hiermit erkläre ich, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig und nur unter Verwendung der angegebenen Literatur und Hilfsmittel angefertigt habe.

Stellen, die wörtlich oder sinngemäß aus Quellen entnommen wurden, sind als solche kenntlich gemacht.

Diese Arbeit wurde in gleicher oder ähnlicher Form noch keiner anderen Prüfungsbehörde vorgelegt.

Mittweida, September 2012